

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Ícaro Zanetti
de Carvalho E APROVADA
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 23/02/2012

Celso
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Ícaro Zanetti de Carvalho

Fragilização por Hidrogênio nos Aços
AISI 4340 (AMS 6414K e AMS 6415S)
Temperados e Revenidos

Campinas, 2012.

Ícaro Zanetti de Carvalho

Fragilização por Hidrogênio nos Aços AISI 4340 (AMS 6414K e AMS 6415S) Temperados e Revenidos

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientadora: Profa. Dra. Célia Marina de A. Freire
Co-orientador: Prof. Dr. Itamar Ferreira

Campinas
2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

C253f Carvalho, Ícaro Zanetti de
Fragilização por hidrogênio nos aços AISI 4340
(AMS 6414K e AMS 6415S) temperados e revenidos /
Ícaro Zanetti de Carvalho. --Campinas, SP: [s.n.], 2012.

Orientadores: Célia Marina de Alvarenga Freire,
Itamar Ferreira.

Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Metais - Fragilização por hidrogênio. 2. Aço -
Fratura. 3. Aço de alta resistência. I. Freire, Célia
Marina de Alvarenga. II. Ferreira, Itamar. III.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Engenharia Mecânica. IV. Título.

Título em Inglês: Hydrogen embrittlement in AISI 4340 steel (AMS 6414K and
AMS 6415S) quenched and tempered

Palavras-chave em Inglês: Metals - Hydrogen Embrittlement, Steel - Fracture,
High strength steel

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Leonardo Taborda Sandor, Eugênio José Zoqui

Data da defesa: 23-02-2012

Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica


UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

Fragilização por Hidrogênio nos Aços
AISI 4340 (AMS 6414K e AMS 6415S)
Temperados e Revenidos

Autor: Ícaro Zanetti de Carvalho
Orientadora: Profa. Dra. Célia Marina de Alvarenga Freire
Co-orientador: Prof. Dr. Itamar Ferreira

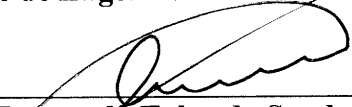
A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



Profa. Dra. Célia Marina de Alvarenga Freire, Presidente
Faculdade de Engenharia Mecânica - UNICAMP



Prof. Dr. Eugênio José Zoqui
Faculdade de Engenharia Mecânica - UNICAMP



Prof. Dr. Leonardo Taborda Sandor
Villares Metals – Sumaré

Campinas, 23 de fevereiro de 2012.

Dedicatória

Dedico este trabalho à minha querida namorada Lilian, pela paciência e apoio nos momentos mais difíceis desta fase, aos meus irmãos, Talita e João Luís, que desde sempre alegam minha vida e também aos meus pais, Maria Sueli e José Inácio, que sempre me apoiaram em minhas decisões e incentivaram a busca pelo conhecimento.

Agradecimentos

Este trabalho só pôde ser realizado com a ajuda de diversas pessoas, às quais presto minha homenagem:

Aos meus pais e à CAPES, pelo auxílio financeiro.

À minha orientadora Célia, que desde o início mostrou o caminho que eu deveria seguir.

Ao meu co-orientador Itamar, que sempre esteve disposto a ajudar nas minhas dúvidas.

Ao professor Sérgio Tonini Button, pela confiança depositada em mim no uso do laboratório para realização dos tratamentos térmicos.

Ao Departamento de Materiais da FEM – UNICAMP e seus funcionários Claudinete Leal, Eduardo Bernardes, João Polis e José Lisboa pela infra-estrutura necessária para a realização deste trabalho.

Aos meus colegas da FEM – UNICAMP Giselle, Bianca e Bruno, que sempre ajudaram nos momentos de dificuldade.

À Villares Metais, na pessoa do Dr. Leonardo Taborda Sandor, pelo fornecimento da matéria prima.

À todos aqueles que de forma direta ou indireta contribuíram para a realização deste trabalho.

*“A nossa maior glória não reside no fato de nunca cairmos,
mas sim em levantarmo-nos sempre depois de cada queda”*
Confúcio

Resumo

CARVALHO, Ícaro Zanetti, *Fragilização por hidrogênio nos aços AISI 4340 (AMS 6414K e AMS 6415S) temperados e revenidos*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2012. 104 p. Dissertação (Mestrado)

O fenômeno da fragilização por hidrogênio no aço AISI 4340 foi investigado devido ao fato do mesmo ser um aço baixa liga de alta resistência bastante suscetível a este fenômeno. A análise foi feita por meio do ensaio de tenacidade à fratura por flexão baseado na norma ASTM E 399 – 09. A matéria prima utilizada foi fabricada segundo dois diferentes processos, sendo o primeiro pelo método convencional de fundição e o segundo pelo processo VAR (vacuum arc refining) de maneira a se obter uma liga com menores quantidades de impurezas. Corpos-de-prova foram retirados da posição L-C das ligas, temperados a 845 °C e revenidos a 3 diferentes temperaturas (350 °C, 400 °C e 500 °C). O carregamento de hidrogênio foi feito por meio de uma célula eletroquímica, onde os corpos-de-prova foram imersos numa solução de H₂SO₄ 0,01 M com aplicação de uma densidade de corrente de 10 mA/cm² e dois diferentes tempos de hidrogenação, de maneira a se obter dois níveis de contaminação. Após os ensaios, foram feitas fractografias dos corpos-de-prova ensaiados para cada condição de revenimento e contaminação por hidrogênio, sendo observadas as alterações nos micromecanismos de fratura para as diferentes condições. Os resultados obtidos no ensaio de tenacidade à fratura por flexão foram correlacionados ao micromecanismo de fratura em função da dureza e contaminação por hidrogênio. O aço AISI 4340 convencional nas condições de revenimento de 400 °C e 350 °C mostrou-se bastante susceptível à fragilização por hidrogênio, apresentando reduções da ordem de 10% e 20%, respectivamente, nos valores de tenacidade à fratura de corpos-de-prova contaminados. O mesmo não foi observado no aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C, que não sofreu fragilização devido à sua baixa dureza. O aço AISI 4340 VAR em todas as condições de revenimento apresentou-se muito menos susceptível ao fenômeno, não sendo evidenciadas variações expressivas nas tenacidades à fratura dos corpos-de-prova contaminados e nas superfícies de fratura resultantes.

Palavras Chave: Fragilização por Hidrogênio, Tenacidade à Fratura, Aço AISI 4340.

Abstract

CARVALHO, Ícaro Zanetti, *Hydrogen embrittlement in AISI 4340 steel (AMS 6414K and AMS 6415S) quenched and tempered*, Campinas: Mechanical Engineering Institute, University of Campinas, 2012. 104 p. Dissertation (Master of Science)

The phenomenon of hydrogen embrittlement in AISI 4340 steel was investigated due to the fact that it is a high strength low alloy steel quite susceptible to this phenomenon. The analysis was done through the fracture toughness test by bending based on ASTM E 399-09. The material used was manufactured according two different processes, the first by conventional casting process and the second by VAR (vacuum arc refining) process in order to obtain an alloy with minor amounts of impurities. Specimens were removed from the position L-C of the alloy, quenched at 845 °C and tempered at 3 different temperatures (350 °C, 400 °C and 500 °C). The hydrogen loading was made by means of an electrochemical cell where the specimens were immersed in a solution of 0.01 M H₂SO₄ by applying a current density of 10 mA/cm² and two different hydrogenation times, in order to obtain two levels of contamination. After the tests were performed fractographies of specimens tested for each condition of temper and contamination by hydrogen, with observed changes in the micromechanisms of fracture for the different conditions. The test results of fracture toughness by bending were correlated with the micromechanisms of fracture, the microstructure and hydrogen contamination. The conventional AISI 4340 steel under conditions of tempering of 400 °C and 350 °C proved to be very susceptible to hydrogen embrittlement, with reductions of 10% and 20%, respectively, on the values of fracture toughness of contaminated specimens. The same was not observed in conventional AISI 4340 quenched and tempered at 500 °C, which did not presented embrittlement due to its low hardness. The AISI 4340 VAR steel in all conditions of temper proved to be much less susceptible to the phenomenon, not showing significant variations in fracture toughness of the contaminated specimens and the resulting fracture surfaces.

Key Words: Hydrogen Enbrittlement, Fracture Toughness, AISI 4340 Steel.

Lista de Figuras

1.1 “Blisters” na superfície de um vaso de pressão após a ação do hidrogênio (DINI, 1993, p.14).....	2
1.2 Amostras de aço após dobramento: a) Sem carregamento de hidrogênio; b) Com carregamento de hidrogênio (DINI, 1993, p. 15).....	3
2.1 Esboço do processo VAR (SILVA, 1988, p. 395).....	7
2.2 Diagrama de equilíbrio Fe-H a pressão de 1 atm (ZINKEVICH, 2002).....	8
2.3 Curva TTT do aço AISI 1050 (SILVA, 1988, p. 107).....	13
2.4 Curva TTT do aço AISI 4340 (SILVA, 1988, p. 107).....	14
2.5 Fractografia do aço AISI 4340 indicando fratura intergranular devido à FMR (MARCELO, 2007).....	16
2.6 Esboço da formação da dupla camada na interface metal/eletrólito (WOLYNEC, 2003, p. 22).....	19
2.7 Iniciação de uma trinca devido ao hidrogênio nos arredores de uma inclusão (adaptado de CHAPETTI, 2003, p. 229).....	24
2.8 Fractografias do aço API X70 (WANG, p. 2807, 2009).....	25
2.9 Fractografias do aço AISI 4340 (HASSAN, p. 3644, 2011).....	26
2.10 Fluxograma relacionando fontes de hidrogênio e formas de transporte e retenção com o micromecanismo de fratura (adaptado de HERTZBERG, 1996, p. 490).....	27
2.11 Modos de abertura da trinca (HERTZBERG, 1996, p.321).....	28
2.12 Esboço da determinação do ponto P_Q usado no cálculo de K_Q (ASTM E399 – 09, p. 10).....	30
3.1 Posição de retirada do corpo-de-prova de tenacidade à fratura (ASTM E399 – 09, p. 3).....	37
3.2 Dimensões do corpo-de-prova de flexão em 3 pontos segundo as normas ASTM E399 – 09 e ASTM E1820 – 08a.....	38
3.3 Corpo-de-prova usado no ensaio mecânico.....	38
3.4 Esboço dos tratamentos térmicos dos corpos-de-prova.....	39
3.5 Tipo de entalhe escolhido para os ensaios (ASTM E399 – 09, p. 7).....	40
3.6 Fotografia do entalhe: a) largura do entalhe maior (0,97 mm) e largura do entalhe menor (0,33 mm); b) Profundidade total dos entalhes (5,47 mm). Microscopia eletrônica de varredura.....	41

3.7 Amostra usada na determinação do tempo de carregamento de hidrogênio.....	42
3.8 Célula eletroquímica para a determinação do tempo de carregamento de hidrogênio.....	43
3.9 Corrente em função do tempo para a determinação do tempo de detecção de hidrogênio no aço AISI 4340 convencional.....	44
3.10 Corrente em função do tempo para a determinação do tempo de detecção de hidrogênio no aço AISI 4340 VAR.....	44
3.11 Aparato para o carregamento de hidrogênio nos corpos-de-prova de tenacidade à fratura aparente.....	45
4.1 Inclusões e segundas fases presentes no aço AISI 4340.....	44
4.2 Microestrutura do aço AISI 4340 convencional sem tratamento térmico.....	49
4.3 Microestrutura do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C.....	50
4.4 Microestrutura do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 400 °C.....	50
4.5 Microestrutura do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 350 °C.....	51
4.6 Microestrutura do aço AISI 4340 VAR sem tratamento térmico.....	52
4.7 Microestrutura do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 500 °C.....	53
4.8 Microestrutura do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 400 °C.....	53
4.9 Microestrutura do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 350 °C.....	54
4.10 Formato do gráfico do tipo I (aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C sem hidrogenação).....	57
4.11 Formato do gráfico do tipo III (aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C após 6 horas de hidrogenação).....	57
4.12 Relação inversa entre tenacidade à fratura e resistência mecânica (adaptado de HERTZBERG, 1996, p. 406).....	59
4.13 Resultados da tenacidade à fratura em função da dureza para o aço AISI 4340 convencional.....	60
4.14 Comparação entre a pré-trinca de fadiga (A) e o entalhe feito por eletroerosão a fio (B).....	60
4.15 Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (Convencional revenido a 500 °C).....	62
4.16 Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (Convencional revenido a 400 °C).....	63

4.17 Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (Convencional revenido a 350 °C).....	64
4.18 Comparação entre os resultados de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional.....	65
4.19 Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (VAR revenido a 500 °C).....	68
4.20 Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (VAR revenido a 400 °C).....	69
4.21 Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (VAR revenido a 350 °C).....	71
4.22 Comparação entre os resultados de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR.....	72
4.23 Região de interesse para a realização das fractografias.....	73
4.24 Fractografias do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C.....	74
4.25 Fractografias do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 400 °C.....	75
4.26 Fractografias do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 350 °C.....	77
4.27 Fractografias do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 500 °C.....	79
4.28 Fractografias do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 400 °C.....	81
4.29 Regiões do entalhe por eletroerosão a fio, da pré-trinca de fadiga e da fratura final do aço AISI 4340 VAR revenido a 350 °C.....	82
4.30 Fractografia da superfície de fratura da pré-trinca de fadiga.....	83
4.31 Fractografias do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 350 °C.....	84

Lista de Tabelas

2.1 Concentração dos elementos químicos no aço AISI 4340 segundo as normas AMS 6414K e 6415S.....	7
3.1 Comparação entre a norma AMS 6415S e os certificados emitidos pela Villares Metais e pela Labteste.....	33
3.2 Comparação entre a norma AMS 6414K e os certificados emitidos pela Villares Metais e pela Labteste.....	34
3.3 Quantidade de corpos-de-prova para cada condição de ensaio.....	36
3.4 Diferenças entre o ensaio normatizado pela ASTM E399 – 09 e o ensaio realizado.....	47
4.1 Resultados das propriedades mecânicas do aço AISI 4340 convencional.....	55
4.2 Resultados das propriedades mecânicas do aço AISI 4340 VAR.....	55
4.3 Resumo dos ensaios de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional.....	58
4.4 Resumo dos ensaios de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR – Eletroerosão a fio.....	67
4.5 Resumo dos ensaios de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR – Pré-trinca de fadiga.....	67

Lista de Abreviaturas e Siglas

Letras Latinas

a – comprimento da trinca	[m]
B – Espessura do corpo-de-prova de tenacidade à fratura	[m]
B _N – Espessura do corpo-de-prova ranhurado de tenacidade à fratura	[m]
C – Concentração (Composição)	[% em peso]
c _H – Concentração de hidrogênio	[% em peso ou ppm]
D – Coeficiente de difusão	[m ² /s]
K _A – Tenacidade à fratura aparente	[MPa.m ^{1/2}]
K _C – Fator de intensidade de tensão crítico	[MPa.m ^{1/2}]
K _{IC} – Tenacidade à fratura no modo 1 de abertura da trinca	[MPa.m ^{1/2}]
K _Q – Fator de intensidade de tensão antes da validação	[MPa.m ^{1/2}]
k _T – Constante cinética da reação	[adimensional]
k ₀ – Coeficiente pré-exponencial independente da temperatura	[adimensional]
P _{H2} – Pressão parcial do hidrogênio sobre o metal	[atm ou MPa]
P _{máx} – Carga máxima do ensaio de tenacidade à fratura	[N]
P _Q – Carga retirada do ensaio de tenacidade à fratura para o cálculo de K _Q	[N]
P ₅ – Carga do ensaio de tenacidade à fratura que pode ou não ser P _Q	[N]
Q – Energia de ativação da reação	[J/mol]
R – Constante universal dos gases	[J/mol.K]
R – Razão de carga	[adimensional]
S – Espaçamento entre os apoios no ensaio de tenacidade à fratura	[m]
T – Temperatura absoluta	[K]
t – tempo	[s]
x – posição	[m]
W – Largura do corpo-de-prova de tenacidade à fratura	[m]

.....

Letras Gregas

σ_e – Limite de escoamento [MPa]

σ_r – Limite de resistência à tração [MPa]

.....

Abreviaturas

CCC – Cúbica de Corpo Centrado

CFC – Cúbica de Faces Centradas

CMOD – Crack Mouth Opening Displacement

FMR – Fragilização da Martensita Revenida

HEDE – Hydrogen-Induced Decohesion

HELP – Hydrogen Enhanced Local Plasticity

HRC – Rockwell Hardness C

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

ODA – Optical Dark Area

SSC – Sulfide Stress Cracking

TCC – Tetragonal de Corpo Centrado

TTT – Tempo-Temperatura-Transformação

VAR – Vacuum Arc Refining

.....

Siglas

AISI – American Iron and Steel Institute

AMS – Aerospace Material specification

API – American Petroleum Institute

ASM – American Society for Metals

ASTM – American Society for Testing and Materials

.....

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivo.....	5
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	6
2.1 Características gerais do aço AISI 4340.....	6
2.2 Tratamento térmico do aço AISI 4340.....	12
2.3 Fragilização da martensita revenida no aço AISI 4340.....	15
2.4 Formas de contaminação por hidrogênio.....	17
2.4.1 Suscetibilidade do aço AISI 4340 à fragilização por hidrogênio.....	18
2.5 Mecanismos de fragilização por hidrogênio.....	22
2.6 Superfície de fratura do aço AISI 4340 fragilizado.....	25
2.7 Ensaio normatizado de tenacidade à fratura por flexão em 3 pontos.....	28
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	32
3.1 Processo de fabricação da matéria prima.....	32
3.1.1 Aço AISI 4340 fabricado segundo a norma AMS 6415S.....	32
3.1.2 Aço AISI 4340 fabricado segundo a norma AMS 6414K.....	34
3.2 Caracterização estrutural.....	35
3.3 Quantidade de corpos-de-prova.....	36
3.4 Confeção dos corpos-de-prova de tenacidade à fratura.....	37
3.5 Tratamento térmico dos corpos-de-prova.....	38
3.6 Ensaio de dureza.....	39
3.7 Confeção dos entalhes.....	40
3.8 Carregamento de hidrogênio.....	41
3.9 Ensaio de tenacidade à fratura aparente.....	46
3.9.1 Diferenças entre o ensaio normatizado e o realizado.....	47
3.10 Análise da superfície de fratura.....	47
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48
4.1 Quantidade de microinclusões.....	48
4.2 Microestruturas.....	49

4.3 Durezas e propriedades mecânicas relacionadas.....	54
4.4 Tenacidade à fratura aparente.....	56
4.4.1 Aço AISI 4340 convencional.....	58
4.4.1.1 Temperado e revenido a 500 °C.....	61
4.4.1.2 Temperado e revenido a 400 °C.....	63
4.4.1.3 Temperado e revenido a 350 °C.....	64
4.4.1.4 Comparação entre os resultados do aço AISI 4340 convencional.....	65
4.4.2 Aço AISI 4340 VAR.....	66
4.4.2.1 Temperado e revenido a 500 °C.....	68
4.4.2.2 Temperado e revenido a 400 °C.....	69
4.4.2.3 Temperado e revenido a 350 °C.....	70
4.4.2.4 Comparação entre os resultados do aço AISI 4340 VAR.....	71
4.5 Fractografias dos corpos de prova ensaiados.....	72
4.5.1 Aço AISI 4340 convencional.....	73
4.5.1.1 Temperado e revenido a 500 °C.....	73
4.5.1.2 Temperado e revenido a 400 °C.....	75
4.5.1.3 Temperado e revenido a 350 °C.....	76
4.5.2 Aço AISI 4340 VAR.....	78
4.5.2.1 Temperado e revenido a 500 °C.....	79
4.5.2.2 Temperado e revenido a 400 °C.....	80
4.5.2.3 Temperado e revenido a 350 °C.....	82
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA NOVOS TRABALHOS.....	86
5.1 Conclusões.....	86
5.2 Sugestões para próximos trabalhos.....	88
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90
ANEXOS	
ANEXO I – Certificado de qualidade da Villares Metals para o aço AISI 4340 convencional.....	94
ANEXO II – Certificado de qualidade da Villares Metals para o aço AISI 4340 VAR.....	95

ANEXO III – Certificado de composição química do aço AISI 4340 convencional realizado pela Labteste.....	97
ANEXO IV – Certificado de composição química do aço AISI 4340 VAR realizado pela Labteste.....	98
APÊNDICES	
APÊNDICE A – Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional revenido a 350 °C – Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm).....	99
APÊNDICE B – Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C – Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm).....	100
APÊNDICE C – Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional revenido a 500 °C – Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm).....	101
APÊNDICE D – Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR revenido a 350 °C – Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm).....	102
APÊNDICE E – Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR revenido a 400 °C – Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm).....	103
APÊNDICE F – Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR revenido a 500 °C – Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm).....	104

1 INTRODUÇÃO

O transporte rodoviário na maioria dos países passa por grandes dificuldades devido ao constante aumento da frota. Aliado a este problema, há a necessidade do transporte de passageiros e bens cada vez mais eficiente. Por estes motivos, o investimento em outras formas de transporte, tais como o ferroviário, aquaviário e aéreo se torna uma importante medida para a redução dos problemas rodoviários. Conhecendo estes fatos, além de muitos outros, explica-se o porquê da indústria aeronáutica estar em constante desenvolvimento, sendo necessária uma permanente busca por materiais de alta confiabilidade, pois neste tipo de seguimento as falhas são na maioria dos casos fatais, não sendo toleradas.

Existem muitos estudos científicos que visam elaborar ligas metálicas para a indústria aeronáutica. As ligas utilizadas neste seguimento devem possuir alta resistência mecânica além de bons níveis de tenacidade à fratura, pois os componentes precisam suportar elevadas cargas, solicitações cíclicas, ambientes agressivos e ainda serem leves o suficiente para não comprometer o projeto das aeronaves.

O desafio no desenvolvimento de ligas metálicas que correspondam a estes requisitos consiste no fato de geralmente haver uma relação inversa entre a resistência mecânica e a tenacidade à fratura, ou seja, quanto maior a resistência mecânica, menor a tenacidade à fratura e vice-versa. Por isto, vários estudos na área de engenharia de materiais são voltados ao desenvolvimento de ligas com alta resistência mecânica sem prejuízo à tenacidade à fratura por meio da alteração da composição química, tratamentos térmicos ou ainda processos de fabricação.

Uma das ligas desenvolvidas para a indústria aeronáutica é o aço AISI 4340 temperado e revenido, devido à obtenção de ótimas propriedades combinadas de resistência mecânica, resistência à fadiga e principalmente tenacidade à fratura (SILVA, 1988, p. 457, 458). Estas ótimas propriedades combinadas do aço AISI 4340 despertaram o interesse de outros seguimentos, sendo que ele também passou a ser utilizado pela indústria automotiva, naval e petroquímica, em componentes sujeitos a carregamentos dinâmicos, obtendo ótimos resultados. Sua aplicação, portanto, consiste na fabricação de eixos, engrenagens, trens de aterrissagem, pinos de fixação e peças diversas de segurança.

Um grave problema que atinge o aço AISI 4340 é a fragilização por hidrogênio, que causa uma significativa redução nos níveis de tenacidade à fratura do material, ou seja, torna-o mais frágil. A ocorrência deste fenômeno pode causar falhas inesperadas nos componentes fabricados a partir dessa liga, afetando diretamente a segurança do projeto devido a estas falhas súbitas. Por este motivo, é de fundamental importância o estudo deste problema, visando desenvolver formas de evitá-lo.

A fragilização por hidrogênio pode ocorrer, além dos aços, em outras ligas metálicas tais como as ligas de níquel, titânio, alumínio e cobre, porém o fenômeno é mais pronunciado nos aços, causando redução na ductilidade, facilitando a iniciação e a propagação de trincas, formando bolhas (blisters) na superfície, vazios internos e, em alguns casos, causando alterações no limite de escoamento do material (DINI, 1993, p. 12, 20).

A figura 1.1 mostra a superfície de um vaso de pressão de aço usado na indústria petroquímica que sofreu ação do hidrogênio resultante de SSC (Sulfide Stress Cracking) causando bolhas, ou ainda “blisters”, devido à presença de hidrogênio nas camadas sub-superficiais do aço.

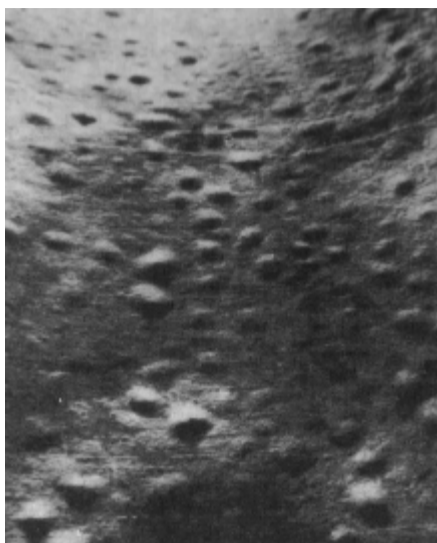


Figura 1.1: “Blisters” na superfície de um vaso de pressão após ação do hidrogênio (DINI, 1993, p. 14)

A figura 1.2 exibe duas amostras de um mesmo tipo de aço, a primeira sem carregamento e a segunda com carregamento de hidrogênio, indicando uma redução da ductilidade da segunda amostra, levando-a a fratura após dobramento.

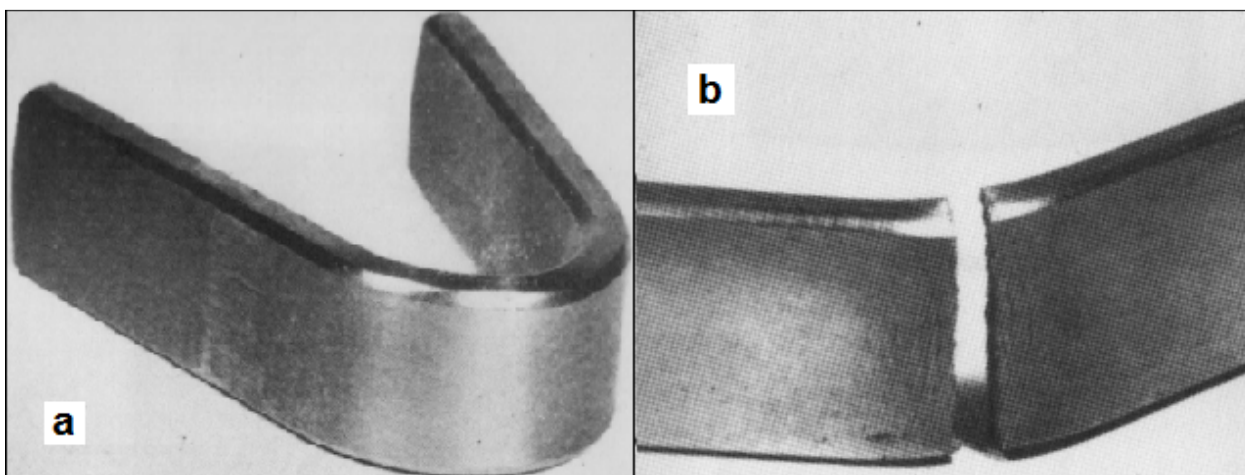


Figura 1.2: Amostras de aço após dobramento: a) Sem carregamento de hidrogênio; b) Com carregamento de hidrogênio (DINI, 1993, p. 15)

Devido ao fato do hidrogênio ser o elemento de menor raio atômico existente na natureza, a explicação do processo de fragilização se torna muito complexa, pois ainda não foram desenvolvidas técnicas totalmente eficazes para a sua mensuração na estrutura cristalina dos metais e também teorias dos mecanismos que levam o mesmo a fragilizá-los. Em linhas gerais, o processo de fragilização envolve as etapas de adsorção de hidrogênio atômico na interface entre o metal e o meio, a difusão do mesmo pela estrutura cristalina devido ao gradiente de concentração e sua retenção em “armadilhas”, que podem ocorrer na forma de inclusões, segundas fases e porosidades de solidificação. A presença indesejada de hidrogênio acaba por gerar tensões no material, que reduzem a sua ductilidade e aumentam a possibilidade de nucleação e propagação de trincas, fragilizando-o e podendo levá-lo à fratura com solicitações inferiores àquelas que o mesmo suportaria em condições normais de operação.

Como o hidrogênio causa uma redução na ductilidade dos metais, é de se esperar que metais de alta resistência mecânica, como o aço AISI 4340, que por possuírem alta resistência apresentam naturalmente uma menor ductilidade sejam altamente susceptíveis ao fenômeno da fragilização por hidrogênio, que leva o material a se tornar muito frágil, ou ainda, menos tenaz, fazendo com que o mesmo absorva pouca energia antes da ruptura, ou seja, quase não havendo deformação plástica da estrutura até a fratura final.

A fragilização por hidrogênio só é possível quando o material se encontra num meio onde há a presença de hidrogênio na forma atômica. São conhecidas várias situações em que é detectada esta presença, sendo as principais explicitadas a seguir.

No próprio processo de fabricação dos aços, oxigênio puro é soprado sob pressão através ou sobre a superfície do ferro gusa líquido de maneira a se combinar o oxigênio com elementos indesejáveis levando-os à oxidação, promovendo o refinamento do aço (SILVA, 1988, p. 349). Apesar de ser injetado apenas oxigênio neste processo, inevitavelmente ocorre a difusão de hidrogênio pelo metal líquido, que é proveniente das matérias primas utilizadas tais como os ferros-liga, sucatas e calcário com umidade, além da própria umidade do ar, que aliados a alta temperatura em que ocorre o processo, aumenta a taxa de difusão do hidrogênio, fazendo com que durante o processo de solidificação do aço uma parcela fique retida em sua rede cristalina, sendo necessários processos de degaseificação posteriores.

Meios corrosivos tais como os ambientes marinhos e industriais também geram uma grande quantidade de hidrogênio em suas reações, levando qualquer componente fabricado a partir de metais susceptíveis a sofrer com o fenômeno nestes ambientes.

Além das fontes de contaminação de hidrogênio citadas, o mesmo também é originado em vários processos industriais, tais como eletrodeposição, decapagem ácida e desengraxe eletrolítico catódico (JANSEN, 2008).

Dini (1993) propôs três maneiras de reduzir os efeitos do hidrogênio nos materiais, que podem ser resumidas por: prevenir a absorção do hidrogênio sempre que possível, que na grande maioria dos casos é inviável, eliminar tensões residuais dos metais antes do início da utilização, tornando-os mais maleáveis e, para casos de contaminação de hidrogênio em processos eletroquímicos, como a eletrodeposição, efetuar um processo de desidrogenação do componente antes que o mesmo apresente uma falha, que consiste basicamente em deixar o metal em temperaturas entre 190 a 230 °C por um determinado tempo, que pode variar de 3 a 24 horas, de maneira a facilitar a difusão do hidrogênio da rede cristalina do metal para fora.

No caso de aços contaminados por hidrogênio durante sua fabricação o processo de desidrogenação se torna mais complexo, sendo necessários tratamentos térmicos cíclicos envolvendo a transformação da austenita em ferrita e perlita em regime estacionário por um tempo que pode variar de uma semana até 45 dias.

Como o aço AISI 4340 é usado nas indústrias aeronáutica, automobilística, naval e petroquímica, a partir das informações apresentadas conclui-se que os componentes fabricados a partir dele serão na maioria dos casos expostos a ambientes com presença de hidrogênio, sendo importante a análise dos seus efeitos para uma previsão confiável da vida útil do componente.

1.1 Objetivo

A motivação deste trabalho é resultante da grande variedade de seguimentos que utilizam o aço AISI 4340 para a fabricação dos seus componentes e à susceptibilidade do mesmo ao fenômeno da fragilização por hidrogênio, tornando este tema um assunto de extrema importância científica e de grande interesse das indústrias que o utilizam. Desta forma, os objetivos são definidos na sequência:

- Avaliar as propriedades de tenacidade à fratura aparente e de dureza de amostras do aço AISI 4340 temperado e revenido nas temperaturas de 350 °C, 400 °C e 500 °C sem contaminação de hidrogênio e com contaminação por meio eletroquímico, ou seja, utilizando carregamento catódico, de maneira a obter dados comparativos entre diferentes parâmetros de ensaio;
- Fazer análises metalográficas para todas as condições de tratamento térmico;
- Realizar fractografias das superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados, de forma a relacionar seus resultados com os obtidos nos outros ensaios.

Espera-se com este procedimento a obtenção de informações confiáveis a respeito do grau de influência do hidrogênio nas propriedades avaliadas, de maneira a facilitar a previsão das falhas resultantes deste fenômeno, sendo possível melhorar o projeto de componentes fabricados a partir desta liga, e como consequência, reduzir custos com eventuais trocas de peças, paradas para manutenção e o mais importante, evitar acidentes.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Os efeitos negativos que o hidrogênio pode provocar nas propriedades dos metais são conhecidos e têm sido estudados extensivamente desde a década de 50 (NANNINGA, 2009, p. 1237), porém ainda não existem resultados conclusivos a respeito dos mecanismos que causam a fragilização, sendo que químicos, físicos e engenheiros propõem diferentes teorias para explicar a sua ocorrência.

Com a susceptibilidade do aço AISI 4340 temperado e revenido à fragilização por hidrogênio, para a realização de uma análise consistente dos seus efeitos deve-se primeiramente identificar as características da liga, através da influência de cada um dos seus elementos constituintes, estudar todas as fases dos tratamentos térmicos envolvidos que alteram as propriedades mecânicas da liga, conhecer as situações em que os materiais podem estar sujeitos à contaminação de hidrogênio e por fim realizar uma pesquisa sobre os vários mecanismos que visam explicar o fenômeno da fragilização pelo hidrogênio.

2.1 Características gerais do aço AISI 4340

A denominação AISI 4340 indica que este aço é da família 43, ou seja, é um aço cujos principais componentes adicionados são o cromo, o níquel e o molibdênio, além de 0,4% de carbono, indicado pelo 40 na nomenclatura (SILVA, 1988, p. 264). Sua composição química original para aplicação aeroespacial é determinada pelas normas AMS 6414K e AMS 6415S, com última revisão em 2007, sendo que todos seus elementos químicos e faixas de concentração (porcentagem em peso) constam na tabela 2.1. A porcentagem de ferro na liga deve completar os 100%.

Tabela 2.1: Concentração dos elementos químicos no aço AISI 4340 segundo as normas AMS 6414K e 6415S

Elemento	Norma			
	AMS 6414		AMS 6415	
	mínimo (%)	máximo (%)	mínimo (%)	máximo (%)
Carbono	0,38	0,43	0,38	0,43
Manganês	0,65	0,90	0,65	0,85
Silício	0,15	0,35	0,15	0,35
Fósforo	-	0,010	-	0,025
Enxofre	-	0,010	-	0,025
Cromo	0,70	0,90	0,70	0,90
Níquel	1,65	2,00	1,65	2,00
Molibdênio	0,20	0,30	0,20	0,30
Cobre	-	0,35	-	0,35

Segundo a tabela 2.1, a diferença básica entre os aços produzidos segundo as normas AMS 6414K e AMS 6415S pode ser observada nas concentrações máximas de fósforo e enxofre, que são menores na norma AMS 6414K devido à diferença nos processos de fabricação de cada norma. Na norma AMS 6415S a liga metálica é produzida conforme processos convencionais de fundição. Já na norma AMS 6414K, a liga é refinada pelo processo VAR (vacuum arc refining), que pode ser traduzido como “Refusão a arco sob vácuo”.

No processo VAR, o metal é usado como eletrodo numa câmara de vácuo onde é submetido a um arco elétrico, que faz com que ele se funda e caia numa lingoteira refrigerada, solidificandose novamente, como pode ser visto no esboço da figura 2.1.

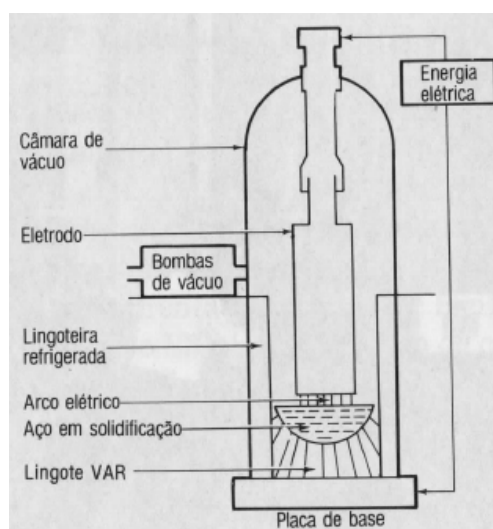


Figura 2.1: Esboço do processo VAR (SILVA, 1988, p. 395)

Esta refusão do metal sob vácuo elimina a formação de escória, permite a volatilização das impurezas presentes na liga e favorece a sua desoxidação, atingindo valores extremamente baixos (da ordem de 5 ppm) de oxigênio, obtendo-se ao final do processo uma liga muito mais refinada e uma microestrutura muito mais homogênea (SILVA, 1988, p. 395 – 397). Além destas vantagens, o refino VAR também é responsável por garantir uma grande redução na quantidade de hidrogênio residual na liga proveniente das fontes contaminantes no processo de fabricação, sendo que a quantidade final de hidrogênio pós-refino VAR se aproxima do zero absoluto, como será visto na seção 3.1.2, em que consta a tabela com a composição química final da liga segundo a norma AMS 6414K.

Esta redução na quantidade de hidrogênio proveniente do processo de fabricação é fundamental para garantir que a liga não sofra fragilização antes mesmo de ser colocada em serviço, pois como é possível observar no diagrama de equilíbrio Fe-H a pressão de 1 atm da figura 2.2, a solubilidade do hidrogênio na estrutura cristalina do aço é extremamente baixa (da ordem de 2 ppm) a temperaturas abaixo de 912 °C, ou seja, dentro da faixa de utilização da grande maioria dos materiais de engenharia, levando a conclusão que a fragilização por hidrogênio nos aços ocorre com quantidades muito pequenas deste elemento na sua estrutura.

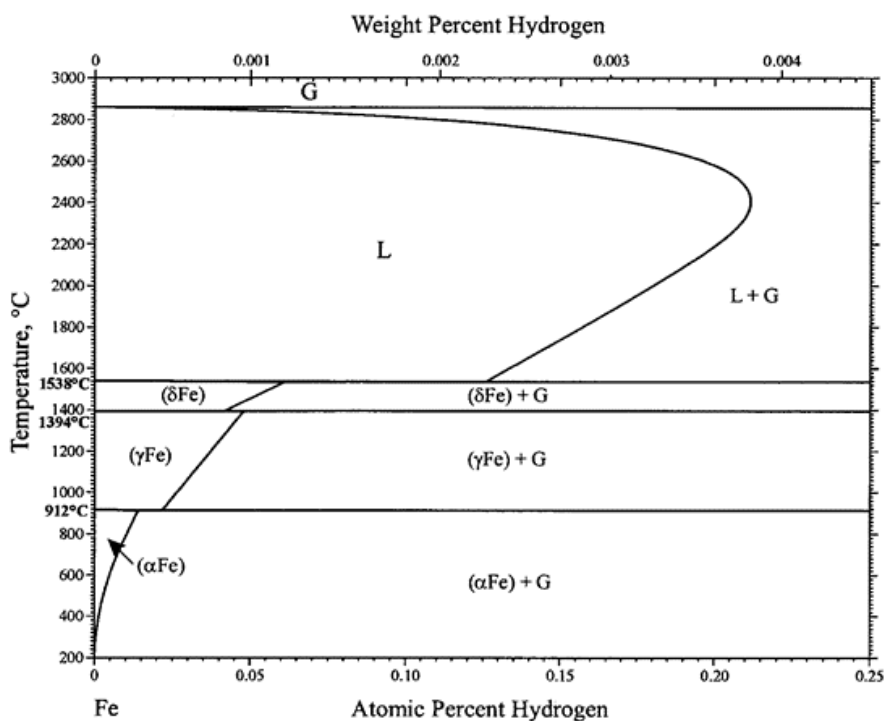


Figura 2.2: Diagrama de equilíbrio Fe-H a pressão de 1 atm (ZINKEVICH, 2002)

Outra informação importante do retirada do diagrama da figura 2.2 é que a solubilidade do hidrogênio no aço pode chegar a valores acima de 20 ppm no ferro líquido, que se estiver presente durante seu processo de fabricação, no momento que em a temperatura começar a baixar e o aço solidificar, a solubilidade vai diminuir e esta grande quantidade de hidrogênio com certeza causará a fragilização do mesmo. Por este motivo fica provada mais uma vez a importância do procedimento de retirada de hidrogênio do aço líquido antes de solidificá-lo, como por exemplo, o refino VAR.

Como o somatório das concentrações dos elementos na liga é menor que 8% em peso, o aço AISI 4340 é classificado como um aço baixa liga (ASM HANDBOOK, 1993, p. 330). Cada um dos elementos presentes neste aço tem uma função específica que visa melhorar as propriedades mecânicas do material, sendo elas elucidadas na sequência.

O carbono, elemento mais importante nos aços, mesmo em baixas concentrações, é responsável por conferir um grande aumento na resistência mecânica do mesmo devido a vários mecanismos de endurecimento. Os três mecanismos mais importantes são a formação de perlita, a transformação martensítica e a transformação bainítica.

O primeiro mecanismo ocorre devido à baixa solubilidade do carbono na rede cristalina do ferro, pois a relação entre seus raios atômicos é de 0,63, que é muito baixa para formar uma solução sólida substitucional e muito alta para uma intersticial. Por este motivo, quando é adicionado carbono ao ferro, ao se solidificar ele tende a formar uma segunda fase, um carboneto de ferro denominado cementita (Fe_3C), que apresenta uma estrutura cristalina ortorrômbica de alta dureza (SANTOS, 2006, p. 363 – 364). No processo de solidificação dos aços, ocorre uma reação eutetóide que produz uma microestrutura característica chamada perlita, que consiste na mistura de duas fases, a ferrita (uma fase pobre em carbono e extremamente dúctil) e a cementita, sendo que a estrutura final é composta por lamelas das duas fases. A alta ductilidade da ferrita combinada com a alta dureza da cementita é responsável por proporcionar o aumento da resistência sem prejuízo à tenacidade do mesmo.

O segundo mecanismo é a transformação martensítica, que ocorre em condições de alta taxa de resfriamento, ou seja, resfriamentos bruscos a partir da austenita, que é a fase estável do aço a altas temperaturas. Quando a transformação ocorre, não há tempo para a difusão dos átomos de carbono dissolvidos na estrutura cúbica de faces centradas (CFC) da austenita. A transformação ocorre, portanto, sem a mudança da composição química com os átomos de carbono mantidos em

solução. Em razão da supersaturação de carbono, a estrutura final, que deveria ser cúbica de corpo centrado (CCC), torna-se uma forma distorcida da estrutura CCC, que é a tetragonal de corpo centrado (TCC), gerando tensões internas que elevam a resistência do aço. Conclui-se também que devido à esta dificuldade na difusão do carbono, quanto maior o seu teor na estrutura cristalina, maior será a deformação na rede devido à transformação e consequentemente maior será a resistência do aço (SILVA, 1988, p. 69 – 70). É importante ressaltar que a martensita possui uma resistência mecânica e dureza muito maior que a perlita, sendo, portanto, mais frágil.

Por fim, o terceiro mecanismo é a transformação bainítica, que ocorre acima da temperatura de formação da martensita e abaixo da de transformação perlítica, ou ainda, entre 215 e 540 °C aproximadamente. Da mesma forma que na perlita, a bainita é constituída das fases ferrita e cementita, porém num arranjo diferente de lamelas alternadas das duas fases. Dependendo da temperatura em que ocorre a transformação, a bainita pode se originar em forma de agulhas de ferrita que se encontram separadas por partículas alongadas de cementita, ou ainda na forma de placas finas de ferrita com partículas de cementita na forma de bastões ou lâminas no seu interior. Em ambas as estruturas, a fase martensita envolve as outras (CALLISTER, 2007, p. 328-329).

Como os aços bainíticos possuem uma estrutura mais fina que a perlita, em geral eles são mais resistentes e mais duros que os aços perlíticos, porém ainda assim exibem uma boa combinação de resistência e ductilidade, diferentemente também dos aços martensíticos, que como visto anteriormente são extremamente duros e frágeis. Devido a estas propriedades intermediárias entre a martensita e a perlita, este tipo de estrutura está sendo muito estudada para a substituição de componentes que hoje utilizam outros tipos de estrutura, visando melhorias de cunho tecnológico e econômico.

O efeito do hidrogênio nestas estruturas está diretamente relacionado às suas estruturas cristalinas e resistências mecânicas. Como a estrutura cristalina da perlita é mais estável que a da bainita e martensita, ela apresenta menores tensões internas e consequentemente possui uma resistência mecânica menor que da bainita e da martensita. Isto faz com que o hidrogênio que possa estar presente em sua estrutura, que como visto na figura 2.2 tem baixíssima solubilidade, possa ser acomodado na estrutura perlítica com mais facilidade que na martensítica e na bainítica, reduzindo o efeito de fragilização. Devido à maior resistência mecânica da estrutura martensítica, esta é a que se encontra mais sujeita à fragilização por hidrogênio devido à sua baixa solubilidade combinada aos efeitos das tensões internas da sua estrutura TCC. Por fim, espera-se que a

estrutura bainítica, que é a intermediária entre as outras duas possui uma susceptibilidade à fragilização por hidrogênio também em níveis intermediários, ou seja, nem tão baixa quanto a da estrutura perlítica e nem tão alta quanto a da martensítica.

Os efeitos das adições dos outros elementos presentes na liga são explicitados na sequência.

A adição de cromo resulta na formação de vários carbonetos de cromo muito duros, no entanto, o aço resultante é mais dúctil que um aço da mesma dureza produzido por um simples aumento na concentração de carbono. Adições de cromo também refinam a estrutura de grão, de modo que esses dois efeitos combinados resultam em tenacidade e dureza aumentadas (SHIGLEY, 2005, p. 103). Além disso, o cromo aumenta a resistência à corrosão e à oxidação, aumenta a endurecibilidade, que é uma propriedade da facilidade da liga metálica em formar martensita, melhora a resistência a altas temperaturas e aumenta a resistência da liga ao desgaste (SILVA, 1988, p. 245).

O níquel é solúvel em ferrita e não forma carbonetos ou óxidos, mas sim uma solução sólida, fazendo com que ocorra um aumento da resistência mecânica sem reduzir a ductilidade (SHIGLEY, 2005, p. 103).

O molibdênio forma carbonetos e também se dissolve na ferrita até certo ponto, de modo que adiciona dureza e tenacidade, além de contribuir para um tamanho de grão fino. Exceto pelo carbono, ele é o elemento que possui o maior efeito endurecedor (SHIGLEY, 2005, p. 103). Além disso, ele produz uma maior profundidade de endurecimento, eleva a dureza e a resistência a quente, reduz a tendência à fragilização da martensita revenida e os carbonetos formados aumentam a resistência à abrasão (SILVA, 1988, p. 247).

O manganês é adicionado como um agente desoxidante e dessulfurante, além de dissolver-se na ferrita, contribuindo para o aumento da dureza e da tenacidade (SHIGLEY, 2005, p. 103).

Por fim, o silício é um elemento desoxidante, fazendo com que haja um aumento na resistência à oxidação da liga, além de aumentar a resistência mecânica (SILVA, 1988, p. 246).

Os outros elementos, tais como o enxofre, o fósforo e o cobre são elementos residuais do processo de fabricação e não apresentam vantagens nas propriedades finais da liga. Como visto na tabela 2.1, a quantidade de enxofre na liga deve ser de no máximo 0,025% pela norma AMS 6415S e 0,01% pela norma AMS 6414K. Quanto menor esta quantidade, mais resistente à fragilização por hidrogênio a liga será, pois o enxofre tem a propriedade de formar

microinclusões de sulfeto de manganês (MnS), que funcionam como aprisionadores de hidrogênio e podem facilitar a sua retenção.

Combinando os efeitos individuais dos elementos listados acima, a liga resultante apresenta elevada temperabilidade, que permite a formação da martensita revenida, que é a estrutura que possui ótimas combinações de resistência mecânica e tenacidade à fratura.

2.2 Tratamento térmico do aço AISI 4340

Os tratamentos térmicos dos aços, principalmente a têmpera, são dependentes da temperabilidade. De acordo com Silva (1988), ela pode ser definida como “propriedade que determina a profundidade e distribuição de dureza quando uma liga ferrosa é resfriada rapidamente”. Isto significa dizer que o conceito de temperabilidade é associado à capacidade de formar martensita a uma determinada profundidade em uma peça.

A martensita é uma estrutura metaestável que não se forma em condições de equilíbrio. Ela possui uma energia livre maior que a da perlita e ferrita, porém, em baixas temperaturas ela pode se manter estável, conferindo aos aços maiores durezas e resistências mecânicas (SANTOS, 2006, p. 394). Como visto anteriormente, para se obter a estrutura martensítica, é necessário que o aço austenitizado seja submetido a um rápido resfriamento, de forma a inibir a difusão do carbono, resultando numa estrutura TCC. Este processo é chamado de têmpera.

Nos aços de baixo carbono é extremamente difícil de realizar este tratamento térmico. Isto ocorre porque o início das transformações ferríticas e perlíticas nestes aços leva um tempo muito curto para começarem, de ordem de grandeza de décimos de segundo até segundos. Este tempo impede que peças de maiores espessuras resfriem rapidamente seus interiores, resultando num material com superfície martensítica com núcleo de ferrita e cementita. A figura 2.3 mostra um exemplo do diagrama de transformação em função do tempo e da temperatura (curva TTT) do aço AISI 1050, ou seja, um aço-carbono comum com 0,5% de carbono, mostrando que o início da transformação ferrítica pode ocorrer num tempo menor que 1 segundo e termina em poucas dezenas de segundos, praticamente impossibilitando a formação de martensita.

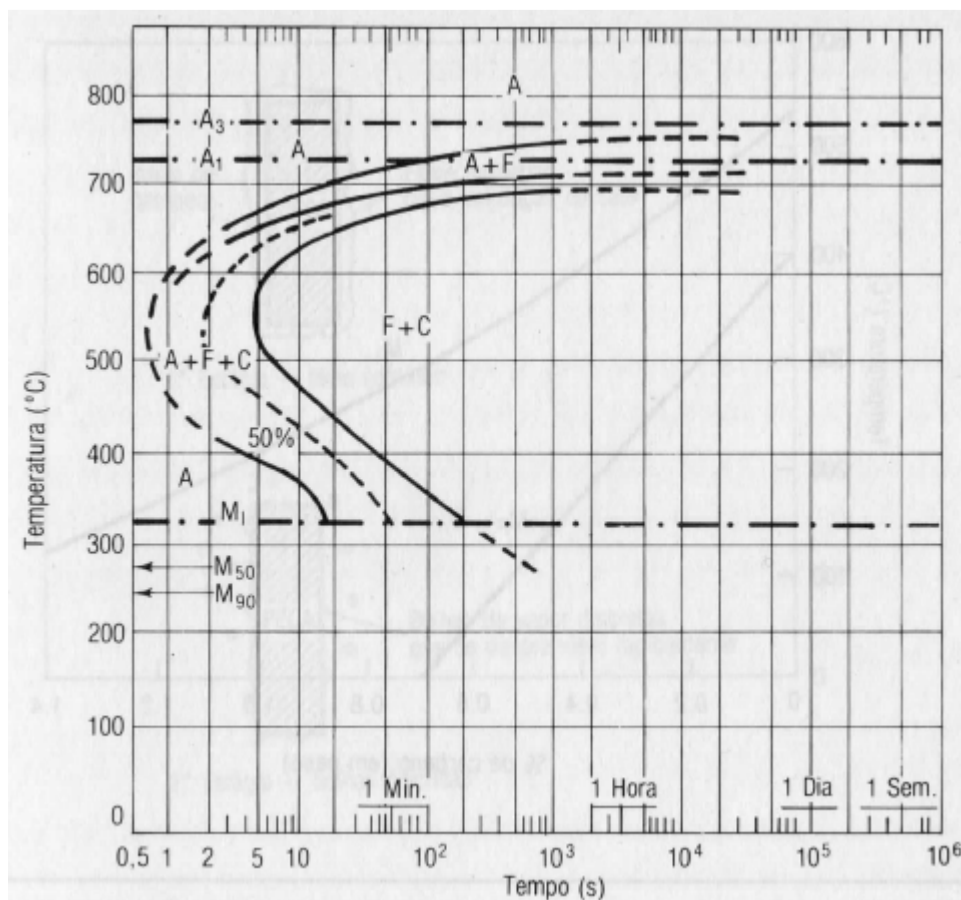


Figura 2.3: Curva TTT do aço AISI 1050 (SILVA, 1988, p. 107)

Foi esta dificuldade de formação de martensita a partir de aços-carbono comuns que tem levado ao desenvolvimento de ligas metálicas em que fosse possível a obtenção desta estrutura. O aço AISI 4340 é um exemplo destas ligas, pois além dos benefícios individuais produzidos pela adição dos elementos de liga, estes elementos provocam o retardo do início das transformações perlíticas e bainíticas. Isto pode ser explicado de maneira simplificada pelo fato de que a difusão lenta destes elementos inicialmente dissolvidos na austenita, para permitir a nucleação das outras fases a partir da mesma, atrasa a transformação. Este fenômeno permite a obtenção de estrutura martensítica em peças de grandes espessuras, que é o caso de componentes mecânicos utilizados nas indústrias aeronáutica, automobilística, naval, petroquímica, entre outras. A figura 2.4 mostra a curva TTT desta liga, onde é possível observar o deslocamento do início das transformações ferríticas e bainíticas para a direita, ou seja, num maior tempo.

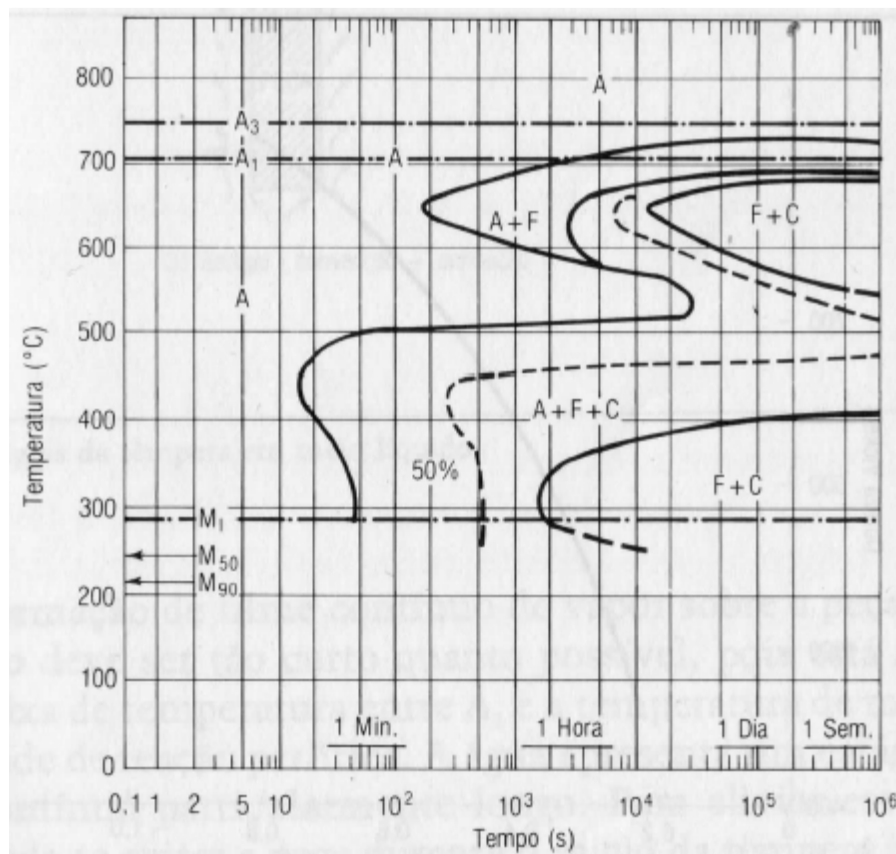


Figura 2.4: Curva TTT do aço AISI 4340 (SILVA, 1988, p. 107)

É importante ressaltar que devido ao aço AISI 1050 não formar martensita, como visto na figura 2.3, o mesmo será mais dúctil e consequentemente menos susceptível à fragilização por hidrogênio, enquanto que o AISI 4340 mostrado na figura 2.4, que é capaz de formar martensita, e, portanto, possuir uma maior resistência mecânica, pode sofrer com o fenômeno.

Conforme explicado, o processo da têmpera proporciona a formação da martensita que, devido às tensões causadas pelas deformações na rede, é uma estrutura extremamente dura, tendo como consequência um grande aumento da resistência mecânica do metal. Porém, este aumento na resistência mecânica causa uma elevada redução na ductilidade, resultando num material extremamente frágil, inviabilizando a utilização do mesmo.

Para se reduzir o problema da fragilidade na estrutura martensítica, existe um tratamento posterior à têmpera chamado revenimento. Ele consiste em elevar a temperatura do material numa temperatura abaixo da temperatura de austenitização por um determinado tempo para que parte dos átomos de carbono se difunda para as posições de equilíbrio, reduzindo a deformação

da rede. Quanto maior o tempo e a temperatura de revenimento, menor será a dureza final do aço (SANTOS, 2006, p. 396).

Portanto, a utilização do aço AISI 4340 é interessante quando o mesmo é submetido ao tratamento da têmpera, devido à sua alta temperabilidade, que aumentará a resistência mecânica do mesmo, combinado ao tratamento do revenimento, que reduzirá sua dureza, resultando numa boa correlação entre resistência mecânica e tenacidade à fratura, que pode ser comprometida pela presença do hidrogênio, que aumenta ainda mais as tensões internas, causando a fragilização devido à redução da tenacidade à fratura.

2.3 Fragilização da martensita revenida no aço AISI 4340

O tratamento de têmpera e revenimento de aços de alta resistência mecânica tais como o aço AISI 4340 pode levar a um indesejado fenômeno definido como fragilização da martensita revenida (FMR). Este fenômeno é responsável por reduzir a capacidade de absorção da energia de impacto a temperatura ambiente de corpos-de-prova entalhados, ou ainda reduzir as propriedades de tração de amostras sem entalhe ensaiadas a temperaturas sub-zero (MARCELO, 2007).

Eliaz (2002) afirma que a FMR acontece quando o aço é revenido na faixa de 250 a 400 °C. A fragilização ocorre pelo efeito combinado da segregação de impurezas tais como P, S, N, Sb e Sn nos contornos de grão durante a fase de austenitização do aço e da precipitação de carbonetos nos contornos de grão durante o revenimento nesta faixa de temperatura. Esta combinação faz com que os contornos de grão sejam locais preferenciais para a iniciação e propagação de trincas, levando os aços que sofrem este tipo de fragilização a fraturas intergranulares com tensões muito menores que o limite de escoamento do material. A figura 2.5 mostra um exemplo da superfície de fratura de um parafuso prisioneiro fabricado a partir do aço AISI 4340, temperado e revenido a 370 °C, que falhou em serviço e apresentou fratura intergranular, indicando que o mesmo sofreu FMR.

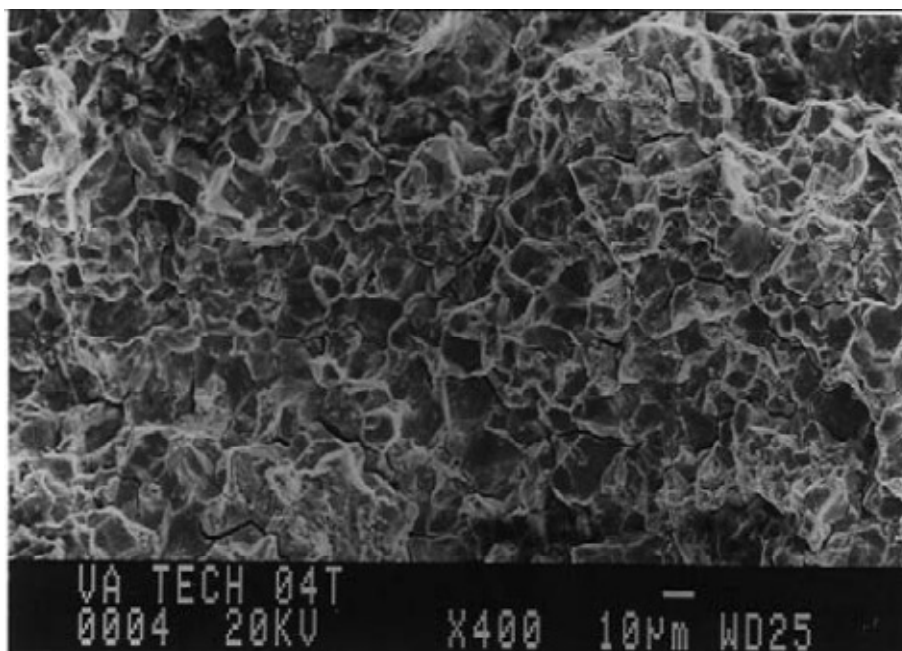


Figura 2.5: Fractografia do aço AISI 4340 indicando fratura intergranular devido à FMR (MARCELO, 2007)

Conforme já dito, a faixa de temperatura crítica para a ocorrência da FMR é de 250 a 400 °C, pois a temperaturas menores que 250 °C a quantidade de carbonetos que se acumulam nos contornos de grão são insuficientes para causar a fragilização, enquanto que para temperaturas maiores que 400 °C estes carbonetos assumem a forma esférica, que é a forma que ocupa o maior volume com a menor área superficial, afetando com menor intensidade os contornos de grão, tendo como consequência um aumento da tenacidade do material.

Um fator que também influi no fenômeno da FMR é a temperatura de austenitização do aço, pois quanto maior for esta temperatura, mais intensa é a segregação das impurezas, maior será o crescimento dos grãos e consequentemente menos grãos terá a estrutura. Isso faz com que haja uma menor área de contornos de grãos disponíveis para a segregação das impurezas e carbonetos, fazendo com que o efeito seja potencializado.

Ainda de acordo com Eliaz (2002), as medidas que podem ser tomadas de maneira a evitar este problema são: a fabricação de ligas de alta pureza, o que pode se tornar um processo muito custoso; evitar o revenimento na faixa de temperaturas críticas, o que levaria a um certo prejuízo na tenacidade à fratura da liga, podendo não ser possível; ou ainda a adição de 1,5 a 2% de Si na liga, que tem a capacidade de suprimir a cinética da FMR, como por exemplo o aço 300M (AMS

6257), que é uma modificação do AISI 4340 com adição de 1,5% de silício, utilizado na fabricação de trens de pouso de aeronaves gigantes.

2.4 Formas de contaminação por hidrogênio

Existem três situações distintas que promovem a difusão do hidrogênio na estrutura cristalina dos aços. Ela pode ocorrer no processo de fabricação do mesmo, em tratamentos superficiais e com as peças em serviço.

Durante o processo de fabricação do aço, existe a possibilidade do ambiente em que o aço está sendo produzido conter hidrogênio, fazendo com que o mesmo possa se difundir facilmente pelo metal líquido, ficando aprisionado no mesmo no final da solidificação. Por este motivo, durante a produção de aços suscetíveis à fragilização por hidrogênio, como o AISI 4340, é obrigatório o processo chamado de degaseificação, que consiste basicamente na agitação do aço líquido num ambiente sujeito à vácuo para facilitar a retirada do hidrogênio do material (SILVA, 1988, p. 379 – 380).

Os tratamentos superficiais dos aços são usados para diferentes finalidades, tais como a proteção dos mesmos contra a corrosão, produzir uma camada superficial com maior resistência mecânica (cementação e nitretação), entre outros. Alguns destes tratamentos podem gerar o hidrogênio como resultado das reações químicas envolvidas no processo. Como exemplo pode-se citar a eletrodeposição, que está sujeita a geração de hidrogênio no tratamento de limpeza superficial através da decapagem, limpeza eletroquímica e também na própria deposição do metal protetor sobre o aço (DINI, 1993, p. 21).

Por fim, a difusão do hidrogênio em peças de aço em serviço pode ser proveniente de várias fontes. Neste caso, a contaminação é resultante do ambiente a que o material está exposto. Se o material estiver exposto a um ambiente ácido, haverá a corrosão do aço, e o resultado desta corrosão promove a formação de hidrogênio (DINI, 1993, p. 21). Além disso, nos processos de proteção catódica do aço em ambientes severos também há a geração de hidrogênio, sendo que apesar da proteção catódica reduzir a taxa de corrosão do aço, ao mesmo tempo expõe o mesmo à fragilização por hidrogênio (WANG, 2009, p. 2803). A exposição ao hidrogênio também é

resultado do processo de esterilização de equipamentos de ambulâncias, ônibus, trens e aviões pelo uso de vapor de peróxido de hidrogênio (H_2O_2), que por possuir propriedades descontaminantes são muito utilizados para este propósito, porém pode causar o problema da fragilização por hidrogênio de equipamentos susceptíveis (HASSAN, 2011, p. 3639).

Portanto, durante toda a vida útil dos aços suscetíveis à fragilização por hidrogênio, desde a produção até eventuais fraturas ou descarte por perda das propriedades, os mesmos podem estar expostos a este problema, sendo necessária uma constante manutenção preventiva, de forma a avaliar os efeitos da fragilização para a redução do risco de falhas.

Neste trabalho será simulada a contaminação por hidrogênio que ocorre com as peças em serviço, sendo que a geração do hidrogênio será proporcionada por meio de uma célula eletroquímica com carregamento catódico.

2.4.1 Susceptibilidade do aço AISI 4340 à fragilização por hidrogênio

Conforme já explicado, a formação de hidrogênio ocorre em praticamente todos os tipos de ambientes, sendo importante esclarecer os processos eletroquímicos envolvidos nas reações de formação e difusão do mesmo, de maneira a se entender a susceptibilidade do aço AISI 4340 à fragilização por hidrogênio.

Para tanto, deve-se conhecer como funciona a cinética das reações de adsorção (superfície) e absorção (rede cristalina) em processos eletroquímicos, que serão usados como base para a realização da parte experimental.

De acordo com Wolynech (2003), quando um metal é mergulhado numa solução aquosa, dá-se início à reação 2.1, com a formação dos íons dentro da solução e com a permanência dos elétrons dentro do metal, que é indicado por M.



Estes elétrons carregam eletricamente o metal e criam um campo elétrico dentro da solução, que faz com que os íons, que são carregados positivamente, tendam a ficar retidos na vizinhança

da interface metal-solução. Após um tempo relativamente curto (frações de segundo), estabelece-se uma situação de equilíbrio caracterizada pela formação de uma dupla camada elétrica, chamada de “dupla camada de Helmholtz”, conforme mostra a figura 2.6.

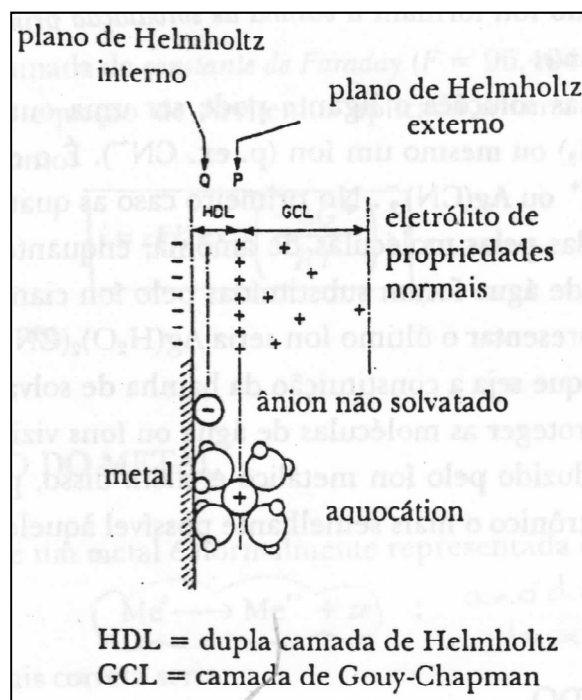
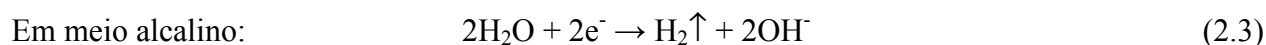
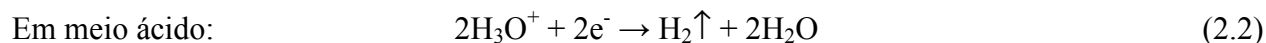
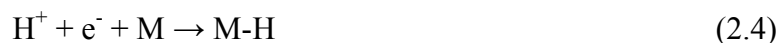


Figura 2.6: Esboço da formação da dupla camada na interface metal/eletrólito (WOLYNEC, 2003, p. 22)

A formação do hidrogênio pode ocorrer tanto em meio ácido quanto em meio alcalino, cujas reações são (JANSEN, 2008):



Ambas as reações acontecem em duas fases, ou seja, antes da formação do gás hidrogênio, existe a presença de íons H^+ . Desta forma, estes íons H^+ podem ser atraídos pelo campo elétrico da interface metal/eletrólito mostrada na figura 2.6, podendo ficar adsorvidos na superfície do metal segundo a reação:



O hidrogênio adsorvido é muito reativo, sendo que o produto explicitado na reação 2.4 é bastante instável. Logo, o hidrogênio adsorvido na superfície do metal pode seguir por dois caminhos: caso ele se combine com outro hidrogênio adsorvido na superfície do metal eles formam hidrogênio molecular e são liberados na forma de gás; ou ainda ele pode se difundir para o interior do metal, podendo causar o problema da fragilização devido à sua distorção da rede cristalina ou ainda seu acúmulo em aprisionadores.

Para avaliar as consequências do hidrogênio absorvido pelo metal deve-se conhecer a 2ª Lei de Fick, que pode ser definida por difusão no estado sólido em regime não-estacionário e é regida pela equação (considerando difusão unidirecional):

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (2.5)$$

A equação 2.5 mostra a dependência da concentração (C) do elemento em difusão com a posição na amostra (x) e com o tempo (t), em que (D) indica o coeficiente de difusão do elemento na amostra (CALLISTER, 2007, p. 115).

Caso o coeficiente de difusão não dependa da composição e, portanto, da posição, a 2ª Lei de Fick pode se simplificada por:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.6)$$

Como o elemento hidrogênio possui um diâmetro atômico calculado de 0,1058 nm (átomo de Bohr), sendo menor que o parâmetro de rede da estrutura CCC do aço, que é de 0,2866 nm (CALLISTER, 2007, p. 41, 42), é de se esperar que o mesmo tenha um alto coeficiente de difusão pela estrutura cristalina do aço e, de acordo com a 2ª Lei de Fick, apresente uma grande facilidade em se infiltrar na sua estrutura cristalina por difusão no estado sólido e aumentar sua concentração.

Além da difusão, existe a teoria de que o transporte de hidrogênio também pode ocorrer através das discordâncias presentes na rede cristalina do metal, que funcionam como caminhos para a passagem e a retenção de hidrogênio. De acordo com Hertzberg (1996), o transporte de

hidrogênio por essas discordâncias pode ser de muitas ordens de grandeza superior ao relacionado à difusão.

Uma vez dentro da estrutura cristalina do metal, o hidrogênio pode ser recombinado segundo duas diferentes reações, mostradas em 2.7a e 2.7b.



Em ambas as reações, nota-se que o hidrogênio volta à forma molecular (gás) dentro da estrutura cristalina do metal, ou seja, ele aumenta de volume. Ao aumentar de volume é que o mesmo pode causar a fragilização, pois causa uma distorção na rede cristalina, aumentando as tensões e reduzindo a força das ligações entre os átomos do metal.

Como visto anteriormente, estruturas martensíticas são características por possuírem grande dureza devido à distorção que os átomos de carbono causam na rede cristalina do aço. Esta distorção, combinada com a alta capacidade de difusão do hidrogênio e sua distorção na rede, aumenta as tensões residuais no mesmo, elevando ainda mais a dureza e conseqüentemente causando a fragilização, podendo levar a fraturas frágeis (LIU, 2008, p. 218).

Aliado a este fator, o transporte de hidrogênio é influenciado fortemente pela presença de aprisionadores de hidrogênio, tais como contornos de grão, discordâncias, porosidades, carbonetos e partículas não metálicas, sendo que estes locais podem agir como armadilhas de hidrogênio. Como estes defeitos geralmente se localizam próximos dos contornos de grão, existe a tendência do acúmulo de hidrogênio nestas regiões, fazendo com que as ligações entre os contornos de grão sejam enfraquecidas, podendo levar a fraturas intergranulares e frágeis (LEE, 2004, p. 1126). Estas ligações são enfraquecidas devido à altíssima pressão interna que o hidrogênio causa nesta região, sendo superior ao limite de resistência à tração local, levando-o à fratura. De acordo com Kieselbach (2000), a relação entre a concentração de hidrogênio e a pressão interna no metal é regida pela equação de Sievert, que é dada por:

$$c_H = k_T \sqrt{P_{H_2}} \quad (2.8)$$

Na equação 2.8, c_H é concentração de hidrogênio dada em porcentagem ou ppm, P_{H_2} é a pressão parcial do hidrogênio sobre o metal, dada em atm ou MPa e k_T é a constante cinética da reação que pode ser determinada pela equação de Arrhenius:

$$k_T = k_0 e^{\left(\frac{-Q}{RT}\right)} \quad (2.9)$$

Na equação 2.9, k_0 é um coeficiente pré-exponencial independente da temperatura, Q é a energia de ativação da reação, dada em unidade de energia por mol, R é a constante universal dos gases, com unidades compatíveis com Q e T é a temperatura absoluta.

A equação 2.8 mostra que a pressão interna e a concentração são linearmente proporcionais, levando à conclusão que quanto maior a concentração de hidrogênio, maior a pressão interna causada pela sua presença. Além disso, é possível observar da equação 2.9 que na medida em que se aumenta a temperatura, maior será o coeficiente k_T , e consequentemente, maiores as concentrações de hidrogênio e pressões internas. Quando se relaciona estas equações com o diagrama Fe-H da figura 2.2, fica claro mais uma vez que quantidades muito pequenas de hidrogênio são responsáveis por pressões internas extremamente altas, fragilizando o aço e causando sua fratura.

Conforme já explicado, o aço AISI 4340 possui a adição de vários elementos de liga, sendo que muitos deles podem formar carbonetos. Além disso, sua utilização está normalmente condicionada à estrutura martensítica revenida. Estes fatores levam este tipo de aço a possuir uma grande suscetibilidade à fragilização por hidrogênio devido aos dois fatores, ou seja, a fragilização por hidrogênio da martensita e pelos aprisionadores de hidrogênio.

2.5 Mecanismos de fragilização por hidrogênio

Inúmeras teorias propõem modelos que procuram explicar o micromecanismo que causa a fragilização por hidrogênio nos metais. De acordo com Wang (2009), os dois modelos mais

aceitos atualmente são o “Hydrogen enhanced local plasticity” (HELP) e o “Hydrogen-induced decohesion” (HEDE).

O modelo HELP, que pode ser traduzido como “Aumento da plasticidade local pelo hidrogênio” consiste na teoria de que o hidrogênio atômico difundido na rede cristalina do aço aumenta a mobilidade das discordâncias presentes no mesmo, causando uma redução na resistência ao cisalhamento do mesmo. Esta diminuição na resistência ao cisalhamento facilita a formação de microvazios (dimples), que se coalescem ao longo de planos de deslizamento preferenciais resultando numa fratura extremamente localizada (WANG, 2009, p. 2803).

Já o modelo HEDE, que pode ser traduzido como “Decoção induzida pelo hidrogênio”, afirma que as ligações atômicas na ponta de uma trinca são enfraquecidas pela dilatação da rede cristalina causada pela presença do hidrogênio. Isto faz com que a energia necessária para provocar a fratura seja diminuída. Neste modelo, o mecanismo de fratura é característico de clivagem, que atinge a família do plano (100) do sistema cúbico de corpo centrado (CCC), resultando numa fratura frágil do ponto de vista macroscópico (WANG, 2009, p. 2803).

Além destes existem vários outros modelos que também procuram explicar o fenômeno.

Lee (2004), Liu (2008) e Nanninga (2009) afirmam que contornos de grão, discordâncias, carbonetos e partículas não metálicas podem atuar como aprisionadores de hidrogênio. Como estes defeitos geralmente se localizam próximos dos contornos de grão, existe a tendência do acúmulo de hidrogênio nestas regiões, fazendo com que as ligações entre os contornos de grão sejam enfraquecidas, podendo levar a fraturas intergranulares.

Chapetti (2003) explica que existe uma superposição dos efeitos de aplicação de tensões cíclicas, presença de hidrogênio aprisionado nos arredores de inclusões não metálicas e tensões internas ocasionadas pelos coeficientes de expansão térmica das inclusões geralmente serem diferentes da matriz metálica, tornando estas regiões preferenciais para iniciação e propagação de trincas. Nesta situação a importância da presença do hidrogênio é confirmada no esboço da figura 2.7, que mostra que ele é o responsável pela iniciação de uma trinca nos arredores de uma inclusão, sendo este o ponto de partida para a propagação desta trinca devido a carregamentos cíclicos.

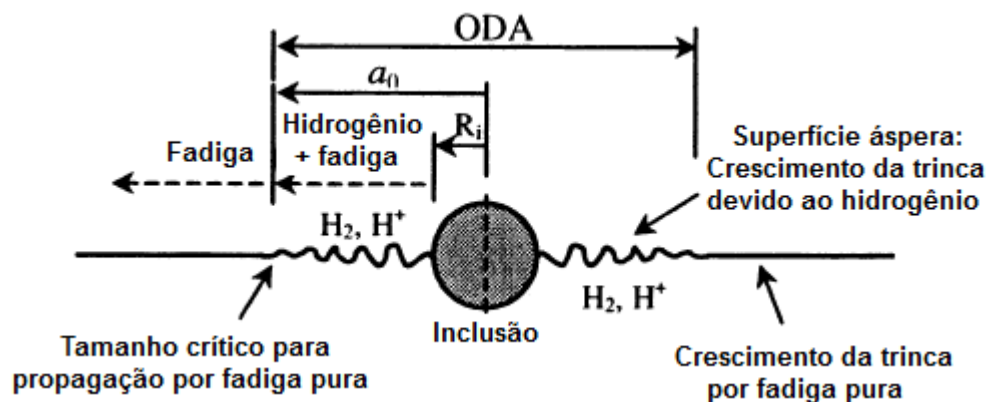


Figura 2.7: Iniciação de uma trinca devido ao hidrogênio nos arredores de uma inclusão (adaptado de CHAPETTI, 2003, p. 229)

Ainda na figura 2.7, Chapetti (2003) mostra uma ODA (Optical Dark Area), que pode ser traduzido como “área escura óptica” que como o próprio nome sugere, quando observada num microscópio óptico, a superfície de fratura desta região é escura, diferentemente da região ao lado. Quando observada num microscópio eletrônico da varredura, esta ODA mostra uma superfície bastante áspera, diferente da superfície ao redor, que mostra uma superfície típica de fratura por fadiga. O autor afirma que esta diferença de superfície de fratura nos arredores de uma inclusão comprova que o hidrogênio aprisionado influencia crucialmente na iniciação e propagação de trincas a partir de inclusões, o que reforça as declarações de Lee (2004), Liu (2008) e Nanninga (2009).

Troiano (1960) propõe que o hidrogênio difunde pela rede cristalina do metal devido a um gradiente de tensão para regiões de alta triaxialidade de tensões como, por exemplo, pontas de trincas, reduzindo a resistência coesiva da rede e levando à fragilização.

Em metais tais como nióbio, zircônio e titânio ainda pode haver a formação de segundas fases, ou seja, hidretos, que podem levar à fratura pelo mecanismo de clivagem (DINI, 1993, p. 20), sendo este fenômeno também apontado por Taha (1999).

Apesar de serem muitos os modelos que procuram explicar os mecanismos da fragilização por hidrogênio, todos eles concordam num mesmo ponto: o hidrogênio causa no metal uma redução na ductilidade, facilitando propagação de trincas, sendo que em estágios mais avançados causa empoamentos e finalmente a fratura do mesmo.

2.6 Superfície de fratura do aço AISI 4340 fragilizado

Diversos estudos do tema constataram diferentes superfícies de fratura de materiais fragilizados pelo hidrogênio, sendo que diferentes tipos de aço susceptíveis sujeitos a diferentes parâmetros de ensaio resultaram em superfícies de fratura distintas.

Segundo Wang (2009), o aço susceptível API X70, usado para a fabricação de dutos para a indústria petroquímica, quando ensaiado mecanicamente resultou num micromecanismo de fratura alveolar quando submetido a um pré-carregamento de hidrogênio, como mostra a figura 2.8a, enquanto que quando exposto a um carregamento dinâmico (exposição ao hidrogênio durante o ensaio mecânico), apresentou clivagem como micromecanismo de fratura predominante, como observado na figura 2.8b, sendo que ambos os ensaios possuíam a mesma densidade de corrente, evidenciando uma maior severidade do carregamento dinâmico.

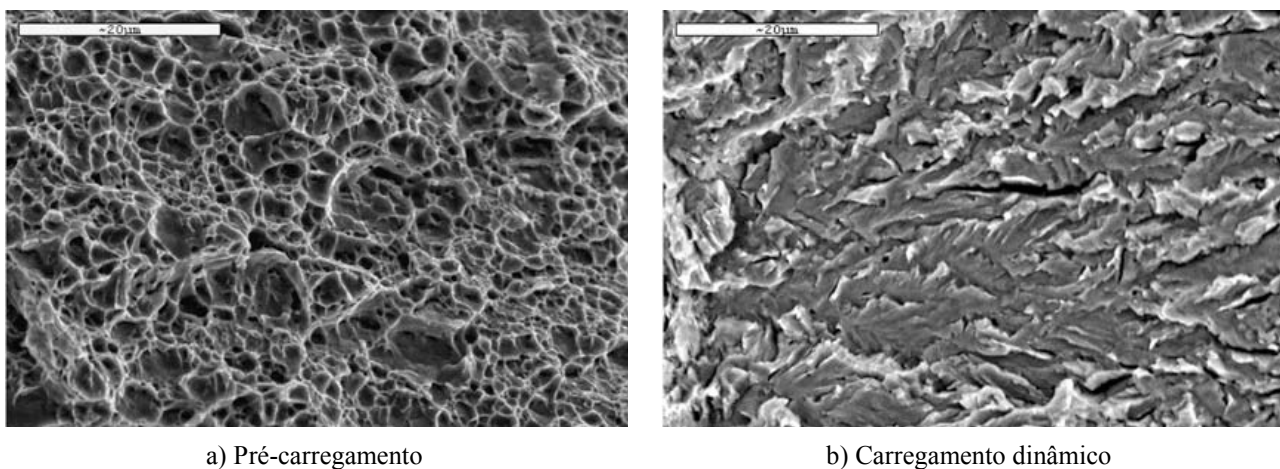


Figura 2.8: Fractografias do aço API X70 (WANG, p. 2807, 2009)

Nanninga (2009) estudou o efeito de vários fatores na fragilização por hidrogênio. O resultado de maior destaque mostrou que o aumento da resistência mecânica de um aço aumenta sua susceptibilidade ao fenômeno, pois o aço 4037 temperado e revenido a várias temperaturas (diferentes durezas) apresentou uma mudança do micromecanismo de fratura de alveolar para intergranular na medida em que se aumentou a dureza, nas condições sem carregamento e com carregamento de hidrogênio. Resultados semelhantes foram obtidos por Lee (2004) com aços de

alta resistência mecânica a altas temperaturas usados em pás de turbinas e trocadores de calor, mostrando da mesma forma uma mudança na superfície de fratura de alveolar para intergranular após o carregamento de hidrogênio.

Especificando mais o estudo para o aço AISI 4340, Liu (2008), Hassan (2011) e Ramamurthy (2011) observaram que esta liga na condição temperada e revenida também apresenta uma mudança do mecanismo de fratura de alveolar para intergranular quando submetida a um carregamento de hidrogênio. Um exemplo destas superfícies é mostrado na figura 2.9.

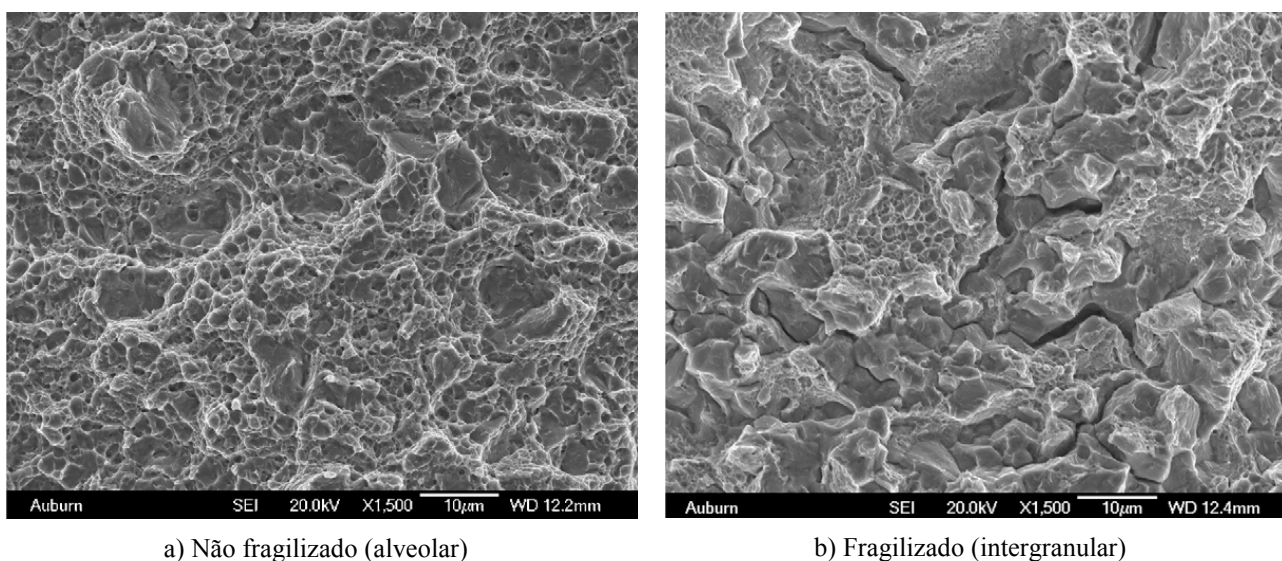


Figura 2.9: Fractografias do aço AISI 4340 (HASSAN, p. 3644, 2011)

Após esta análise fica evidente que a fragilização por hidrogênio afeta de maneira diferente os vários tipos de aços susceptíveis, sendo função da composição química, do tratamento térmico efetuado que altera a resistência mecânica, da agressividade do meio, do tempo de exposição ao meio agressivo, entre outros fatores.

Hertzberg (1996) resumiu o processo de fragilização por hidrogênio no fluxograma da figura 2.10, mostrando como diferentes fontes de hidrogênio e formas de transporte e retenção podem culminar em diferentes micromecanismos de fratura.

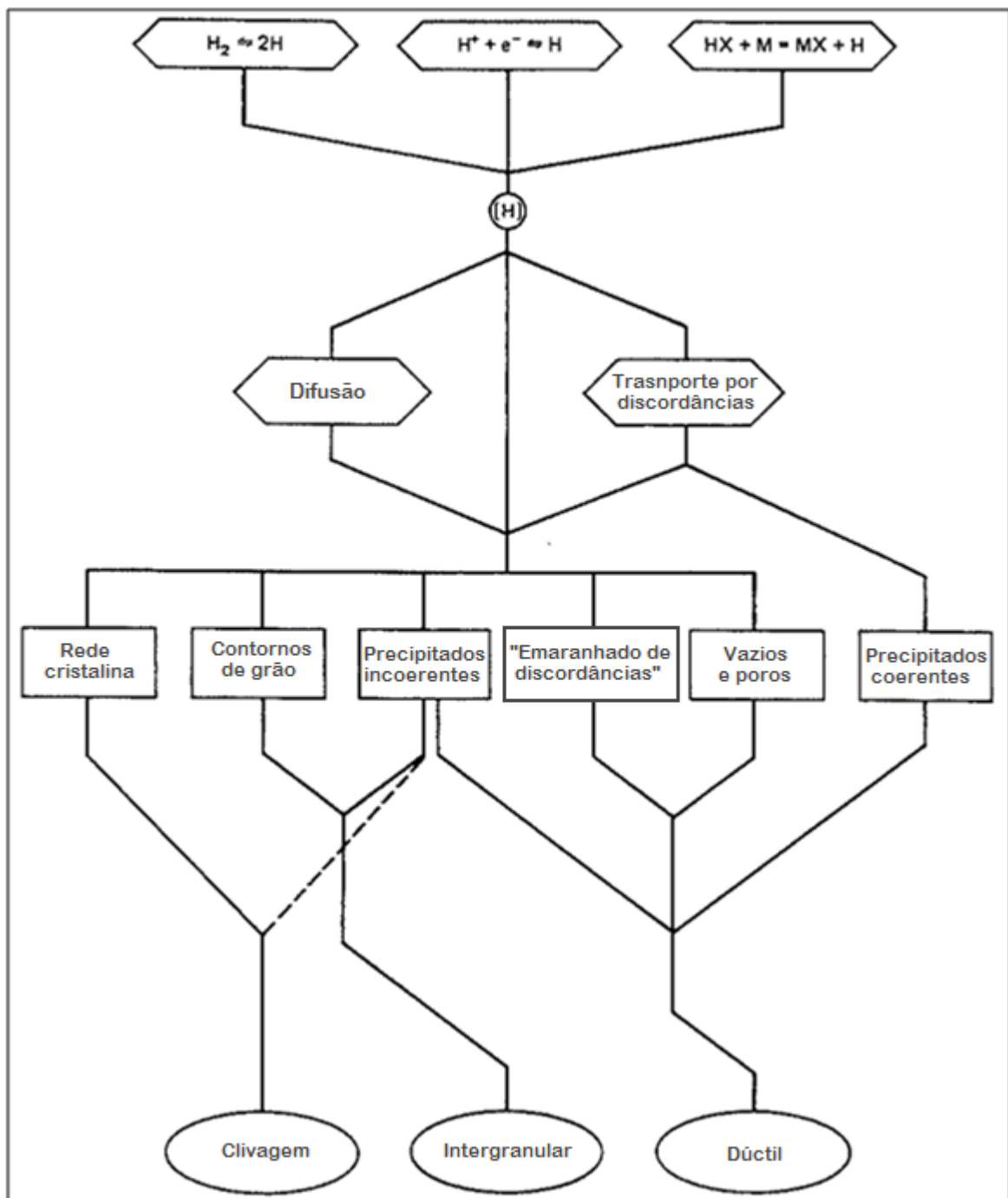


Figura 2.10: Fluxograma relacionando fontes de hidrogênio e formas de transporte e retenção com o micromecanismo de fratura (adaptado de HERTZBERG, 1996, p. 490)

É possível observar também que vários autores obtiveram resultados semelhantes quando ensaiaram o aço AISI 4340, o que leva a concluir que quando o mesmo é fragilizado ele tende a sofrer fratura intergranular, levantando a hipótese de que o hidrogênio retido na estrutura dessa

liga difunde-se para as regiões de contornos de grão, afetando mais gravemente estas regiões, em detrimento à fragilização devido a distorção da rede cristalina causada no interior dos grãos.

2.7 Ensaio normalizado de tenacidade à fratura por flexão em 3 pontos

Neste trabalho procurou-se realizar procedimentos normalizados para a determinação da tenacidade à fratura, porém alguns parâmetros foram alterados de maneira que os resultados encontrados para o fator de intensidade de tensão crítico não podem ser tomados como efetivos devido às alterações realizadas, servindo apenas como base de comparação para os corpos-de-prova contaminados por hidrogênio e não contaminados, que é o objetivo principal do trabalho. Desta forma o mesmo será denominado “Tenacidade à fratura aparente” devido à sua forma de cálculo ser idêntica à da tenacidade à fratura e será representado pelo símbolo K_A . Convém mencionar então todo o procedimento determinado pelas normas de maneira a explicar as alterações que foram realizadas no ensaio.

Para a realização de um ensaio de tenacidade à fratura, primeiramente deve-se ter em mente que uma trinca pode ser solicitada de três maneiras diferentes como mostra a figura 2.11.

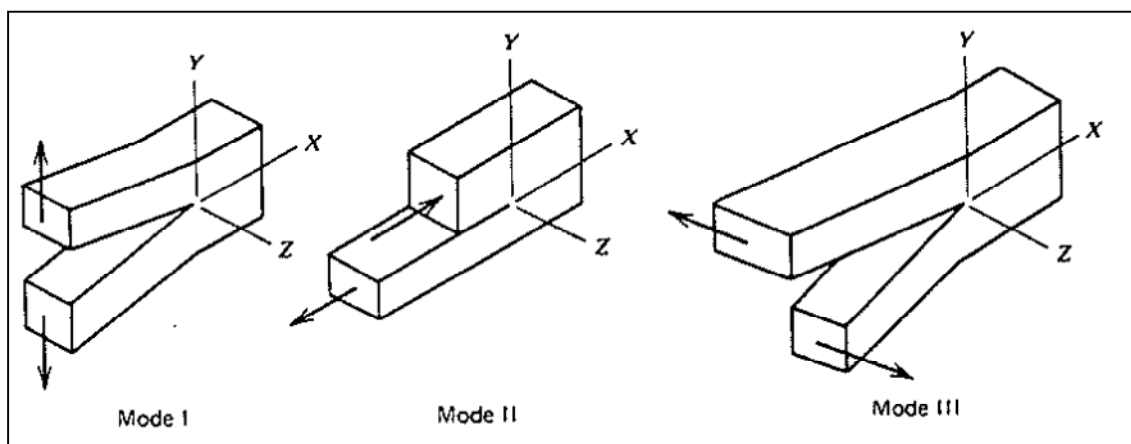


Figura 2.11: Modos de abertura da trinca (HERTZBERG, 1996, p.321)

O modo I de solicitação é o modo de abertura, em que há uma tensão na direção do eixo y, perpendicular à superfície da trinca. No modo II de solicitação uma tensão de cisalhamento é

aplicada na direção do eixo x, perpendicular à ponta da trinca. Já no modo III de sollicitação, existe uma tensão de cisalhamento na direção do eixo z, paralela à ponta da trinca. É importante ressaltar que o modo I de sollicitação é o mais comum nos casos de engenharia que envolvem fratura de componentes (HERTZBERG, p. 321, 322). Por este motivo, as normas ASTM E399 – 09 e ASTM 1820 – 08a determinam os procedimentos de cálculo do fator de intensidade de tensão para corpos-de-prova sollicitados pelo modo I segundo diferentes configurações de ensaio.

Diferentemente da resistência dos materiais, que estuda apenas materiais homogêneos e livres de imperfeições, no ensaio de tenacidade à fratura existe a realização de um entalhe no corpo-de-prova. Existem basicamente três configurações de entalhe, que são o entalhe reto, o entalhe chevron e o entalhe terminado em forma de furo (ASTM E399 – 09, p. 7). Estes entalhes são importantes devido ao fato deles serem o ponto de partida para a nucleação e propagação de uma pré-trinca de fadiga. A pré-trinca de fadiga é uma importante etapa do ensaio, garantindo uma condição de alta severidade, pois no estudo da mecânica da fratura a condição fundamental para ensaios é a presença de uma trinca extremamente aguda, garantida pela realização da pré-trinca de fadiga, que é responsável por conferir uma região com alta triaxialidade de tensões, levando o material à fratura com tensões bastante inferiores ao que o mesmo suportaria caso fosse homogêneo.

Para o ensaio de flexão em 3 pontos a equação que calcula o valor de K_Q é dada por:

$$K_Q = \frac{P_Q S}{\sqrt{B B_N} W^{3/2}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (2.10)$$

Na equação 2.10, K_Q é o fator de intensidade de tensão crítico no modo I de abertura de trinca, P_Q é a força, que é encontrada na curva do ensaio, S é o espaçamento entre os apoios, B é a espessura do corpo-de-prova, B_N é a espessura para corpos-de-prova ranhurados (no caso de corpos-de-prova lisos B_N é igual a B), W é a largura do corpo-de-prova, a é o comprimento da trinca e $f(a/W)$ é dada por:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 3 \sqrt{\frac{a}{W}} \frac{1,99 - \left(\frac{a}{W}\right) \left(1 - \frac{a}{W}\right) \left[2,15 - 3,93 \frac{a}{W} + 2,7 \left(\frac{a}{W}\right)^2\right]}{2 \left(1 + 2 \frac{a}{W}\right) \left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \quad (2.11)$$

Realizada a pré-trinca de fadiga, o ensaio de tenacidade à fratura em corpos-de-prova de flexão em 3 pontos consiste em apoiar as extremidades do corpo-de-prova com o entalhe para baixo em suportes e aplicar uma carga no centro do mesmo, com uma velocidade de deslocamento pré-determinada até a fratura do mesmo, obtendo como resultado uma curva da força em função da abertura da boca da trinca, ou CMOD (Crack Mouth Opening Displacement).

A partir desta curva, parte-se para o cálculo do K_Q , que consiste em traçar uma reta sobre a curva com uma inclinação de 5% em relação à reta correspondente à região elástica (parte linear) do ensaio. No ponto de cruzamento entre a reta e a curva é determinado o valor de P_Q , que dependendo do formato da curva pode ser igual ao valor de P_5 (tipo I), um pouco acima de P_5 (tipo II) ou ainda igual ao valor de $P_{máx}$, que é a carga máxima atingida no ensaio (tipo III). Um esboço de como encontrar o valor de P_Q é mostrado na figura 2.12.

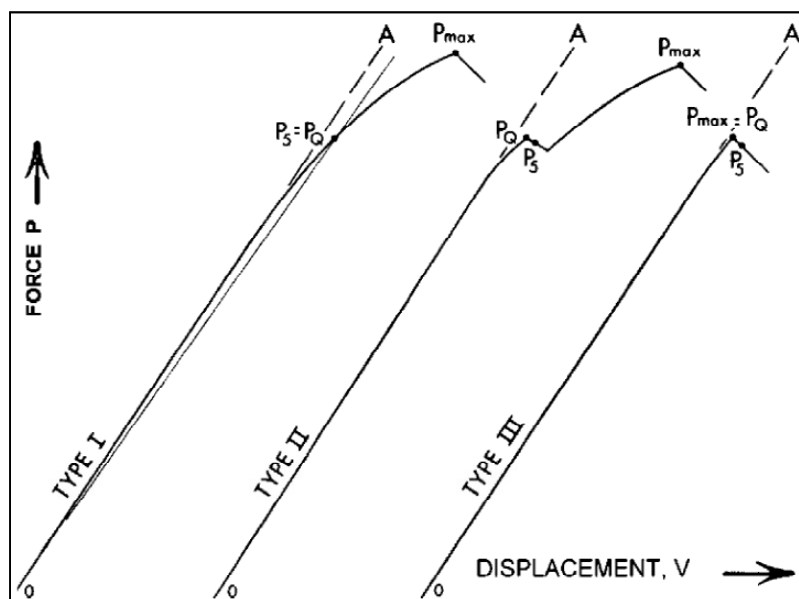


Figura 2.12: Esboço da determinação do ponto P_Q usado no cálculo de K_Q (ASTM E399 – 09, p. 10)

A norma ASTM E399 – 09 apenas garante resultados válidos na área da mecânica da fratura linear-elástica em deformação plana, o que significa dizer que ela não contempla efeitos de deformações plásticas que podem ocorrer na ponta da trinca devido a um estado de tensão plana que pode ser resultado das dimensões do corpo-de-prova. Por este motivo, esta norma determina condições de validade dos ensaios, que visam eliminar possíveis resultados inadequados devido aos efeitos da fratura elasto-plástica, que não são contemplados pela norma.

A primeira condição de validade é dada pela equação 2.12.

$$\frac{P_{m\acute{a}x}}{P_Q} \leq 1,10 \quad (2.12)$$

A condição 2.12 quer dizer que a razão da carga máxima atingida no ensaio sobre a carga P_Q encontrada não pode exceder 1,10, pois caso isso ocorra o ensaio já não está mais no escopo da mecânica da fratura linear-elástica, mas sim da elasto-plástica (ASTM E399 – 09, p. 9).

Validada a primeira condição, deve-se realizar o seguinte cálculo:

$$2,5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_e} \right)^2 \leq (W - a) \quad (2.13)$$

Na condição 2.13, σ_e é o limite de escoamento do material. Caso esta condição não seja satisfeita, o ensaio não é válido e K_Q não pode ser o valor de K_{IC} , que é o fator de intensidade de tensão crítico em condições de deformação plana, ou seja, a tenacidade à fratura em deformação plana do material.

Quando estas condições não são satisfeitas, existem dois caminhos a seguir: mudar o procedimento de ensaio para um que contemple a mecânica da fratura elasto-plástica, ou ainda aumentar as dimensões do corpo-de-prova de maneira e evitar um estado de tensão plana, que pode se tornar inviável dependendo da situação.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho foram utilizadas amostras do aço AISI 4340 obtidos por fundição convencional e pelo refino VAR. Amostras dos aços em todas as condições de têmpera e revenimento foram submetidas à análise metalográfica. Corpos-de-prova de tenacidade à fratura aparente foram confeccionados e tratados termicamente para posterior carregamento de hidrogênio seguido de ensaio de tenacidade à fratura. Após o ensaio, fractografias da superfície de fratura dos corpos-de-prova e aferições de dureza foram realizadas. Detalhes de todas as etapas do trabalho constam na sequência.

3.1 Processo de fabricação da matéria prima

O aço AISI 4340 utilizado neste trabalho foi produzido pela Villares Metals de maneira a atender as normas AMS 6414K e AMS 6415S, que se diferenciam basicamente pela norma AMS 6414K possuir uma etapa em que o material é submetido ao processo VAR.

3.1.1 Aço AISI 4340 fabricado segundo a norma AMS 6415S

Para a confecção desta amostra foram realizados os seguintes processos:

a) Fabricação de lingotes de seção transversal quadrada de 440 mm de lado a partir da matéria prima fundida na faixa de 1550 a 1560 °C e solidificação até a temperatura ambiente, com composição química especificada pela norma AMS 6415S, comprovada pelo certificado de qualidade emitido pela Villares Metais (Anexo I) e análise química realizada pela empresa Labteste (Anexo III), cujos resultados são resumidos na tabela 3.1:

Tabela 3.1: Comparação entre a norma AMS 6415S e os certificados emitidos pela Villares Metais e pela Labteste

Elemento	Norma AMS 6415S		Certificado Villares	Certificado Labteste
	mínimo (% em peso)	máximo (% em peso)	% em peso	% em peso
Carbono	0,38	0,43	0,39	0,38
Manganês	0,65	0,85	0,76	0,73
Silício	0,15	0,35	0,29	0,27
Fósforo	-	0,025	0,006	0,006
Enxofre	-	0,025	0,001	0,003
Cromo	0,70	0,90	0,75	0,74
Níquel	1,65	2,00	1,65	1,60
Molibdênio	0,20	0,30	0,23	0,23
Cobre	-	0,35	0,02	0,024
Vanádio	-	-	< 0,01	0,007
Titânio	-	-	< 0,005	0,003
Nióbio	-	-	< 0,01	0,01
Alumínio	-	-	0,026	0,03
Estanho	-	-	< 0,005	0,003
Nitrogênio	-	-	0,0037	-
Hidrogênio	-	-	< 0,00015	-

- b) Aquecimento dos lingotes até a temperatura de 1260 a 1280 °C por um tempo mínimo de 6 horas para se obter homogeneização da estrutura, seguido de laminação até o diâmetro de aproximadamente 58 mm com temperatura final de laminação entre 800 e 850 °C.
- c) Recozimento das barras laminadas na temperatura de 660 a 680 °C por 5 horas e resfriamento ao ar.
- d) Usinagem por descascamento até o diâmetro de 50 mm.
- e) Amostragem e exames de qualidade, que constam no anexo I.

Da tabela 3.1 é possível observar que as quantidades de impurezas, tais como nióbio, estanho e nitrogênio por exemplo, somam uma quantidade muito pequena, o que reduz muito a possibilidade da ocorrência da fragilização da martensita revenida, que como visto na seção 2.3 é bastante influenciada pela presença destas impurezas.

3.1.2 Aço AISI 4340 fabricado segundo a norma AMS 6414K

Para a confecção desta amostra os processos realizados diferem do anterior em alguns pontos que são detalhados na sequência:

a) Fabricação de eletrodos de seção transversal circular de 580 mm de diâmetro a partir da matéria prima fundida na faixa de 1550 a 1560 °C e solidificação até a temperatura ambiente, com composição química especificada pela norma AMS 6414K, comprovada pelo certificado de qualidade emitido pela Villares Metais (Anexo II) e análise química realizada pela empresa Labteste (Anexo IV), cujos resultados são resumidos na tabela 3.2:

Tabela 3.2: Comparação entre a norma AMS 6414K e os certificados emitidos pela Villares Metais e pela Labteste

Elemento	Norma AMS 6414K		Certificado Villares	Certificado Labteste
	mínimo (% em peso)	máximo (% em peso)	% em peso	% em peso
Carbono	0,38	0,43	0,42	0,41
Manganês	0,65	0,90	0,78	0,75
Silício	0,15	0,35	0,31	0,30
Fósforo	-	0,010	< 0,005	0,005
Enxofre	-	0,010	< 0,010	0,004
Cromo	0,70	0,90	0,87	0,90
Níquel	1,65	2,00	1,81	1,82
Molibdênio	0,20	0,30	0,27	0,30
Cobre	-	0,35	0,02	0,017
Vanádio	-	-	0,06	0,07
Titânio	-	-	0,003	0,003
Nióbio	-	-	< 0,01	0,009
Alumínio	-	-	0,013	0,015
Estanho	-	-	< 0,005	0,002
Boro	-	-	0,0005	0
Antimônio	-	-	0,001	-
Arsênio	-	-	< 0,005	-
Nitrogênio	-	-	0,0021	-
Hidrogênio	-	-	0,00000	-

b) Refinamento do eletrodo pelo processo VAR obtendo-se um lingote de seção transversal circular de 650 mm.

- c) Aquecimento dos lingotes até a temperatura de 1260 a 1280 °C por um tempo mínimo de 10 horas para se obter homogeneização da estrutura, seguido de forjamento para um tarugo de seção transversal retangular de 300 x 400 mm com temperatura final de forjamento entre 800 e 850 °C.
- d) Reaquecimento dos tarugos até a temperatura de 1260 a 1280 °C por um tempo mínimo de 5 horas, seguido de laminação até o diâmetro de aproximadamente 50 mm com temperatura final de laminação entre 800 e 850 °C.
- e) Recozimento das barras laminadas na temperatura de 660 a 680 °C por 5 horas e resfriamento ao ar.
- f) Usinagem por descascamento até o diâmetro de 44 mm.
- g) Amostragem e exames de qualidade, que constam no anexo II.

Da mesma maneira como foi visto na tabela 3.1, a tabela 3.2 mostra uma quantidade de impurezas extremamente baixa, inclusive com quantidades de fósforo, enxofre e hidrogênio menores que as observadas na tabela 3.1. Isto também proporciona a esta liga praticamente não sofrer com o fenômeno da fragilização da martensita revenida, além de ser uma liga ainda mais pura que a condizente com a norma AMS 6415S.

3.2 Caracterização estrutural

Para a realização das micrografias, amostras do aço AISI 4340 convencional e VAR recozidos, ou seja, da maneira que foi enviada pelo fornecedor, e também em todas as condições de têmpera e revenimento (mostradas na seção 3.3) foram submetidas ao seguinte procedimento, sugerido por Fazano (1980):

- a) Lixamento em lixas de carbetto de silício (SiC) na ordem de granulometria 100, 220, 320, 400, 600, 800, 1200 até a remoção dos riscos da etapa anterior;
- b) Polimento com pastas de diamante de 6 e 1 µm até a remoção completa dos riscos deixados na etapa de lixamento de maneira a obter uma superfície espelhada;
- c) Lavagem da superfície com álcool num equipamento de ultrassom para uma limpeza mais refinada;

- d) Observação da superfície resultante (antes do ataque químico) em um microscópio óptico Neophot modelo 32 para a visualização da quantidade de inclusões presentes nos aços convencional e VAR;
- e) Ataque químico com uma solução de nital 2% (2% de ácido nítrico e 98% de álcool) por um tempo médio entre 15 e 20 segundos para a revelação da microestrutura;
- f) Observação da microestrutura no microscópio óptico Neophot modelo 32 e também no microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss modelo EVO MA15.

3.3 Quantidade de corpos-de-prova

De maneira a aferir a influência do hidrogênio na estrutura cristalina do aço AISI 4340, foram padronizadas algumas condições de tratamento térmico e de carregamento de hidrogênio, de modo a obter uma comparação entre os resultados, destacando a influência dos diferentes tratamentos térmicos e dos diferentes carregamentos de hidrogênio. Foram feitos 3 corpos-de-prova para cada condição de tratamento térmico e carregamento de hidrogênio, obedecendo as orientações da norma ASTM E399 – 09. Para cada aço, foram feitas 2 condições de carregamento de hidrogênio, 6 e 9 horas, além da condição não carregado, e 3 condições de tratamento térmico, 350, 400 e 500 °C, totalizando 18 diferentes condições de ensaio e 54 corpos-de-prova. Um resumo destas condições é dado na tabela 3.3.

Tabela 3.3: Quantidade de corpos-de-prova para cada condição de ensaio

Hidrogenação em ácido sulfúrico com concentração de 0,01 M	4340 convencional			4340 VAR			Total
	Revenimento			Revenimento			
	350 °C	400 °C	500 °C	350 °C	400 °C	500 °C	
Sem hidrogenação	3	3	3	3	3	3	18
6 horas de hidrogenação	3	3	3	3	3	3	18
9 horas de hidrogenação	3	3	3	3	3	3	18
						Total	54

É importante ressaltar que estes tempos de carregamento de hidrogênio foram baseados nos resultados de um experimento realizado antes, que será oportunamente explicado na seção 3.7.

3.4 Confeção dos corpos-de-prova de tenacidade à fratura

A partir da matéria prima, foram confeccionados por usinagem corpos-de-prova de flexão em 3 pontos para ensaios de tenacidade à fratura. Eles foram retirados a meio raio da seção transversal dos lingotes na posição L-C, conforme o destaque da figura 3.1:

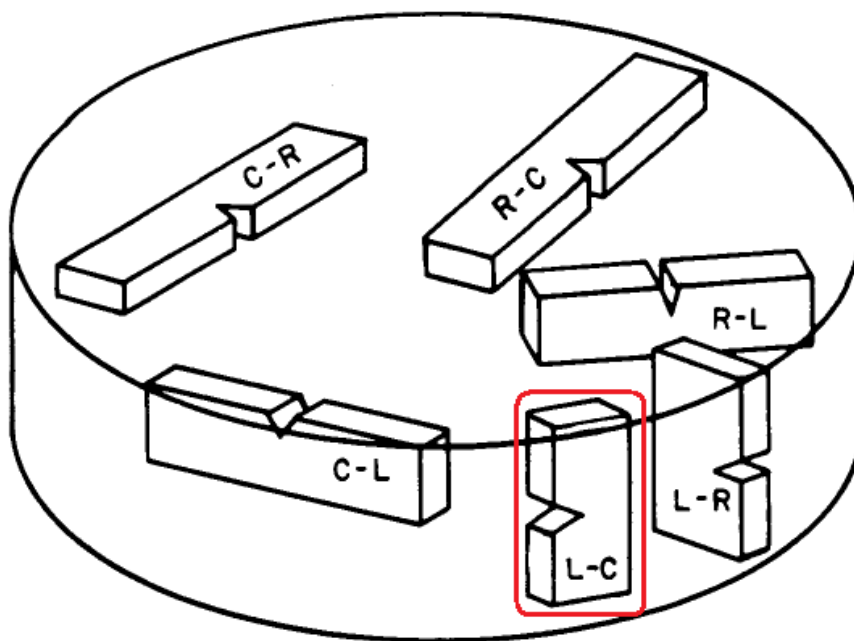


Figura 3.1: Posição de retirada do corpo-de-prova de tenacidade à fratura (ASTM E399 – 09, p. 3)

Na figura 3.1, as letras L, R e C indicam, respectivamente, as direções longitudinal (ou axial), radial e circunferencial (ou tangencial), formando um sistema de coordenadas que referencia o sentido de laminação do material. Na nomenclatura da posição de retirada dos corpos-de-prova, a primeira letra indica a direção normal ao plano da trinca, enquanto que a segunda letra representa a direção de propagação da trinca. Portanto, a posição L-C utilizada neste trabalho significa que a direção longitudinal do sentido de laminação da matéria prima é

normal ao plano da trinca e ela se propaga na direção circunferencial. As dimensões dos corpos-de-prova obedecem às normas ASTM E399 – 09 e ASTM E1820 – 08a, como mostra a figura 3.2 na qual a confecção do entalhe será detalhadamente explicada na seção 3.6.

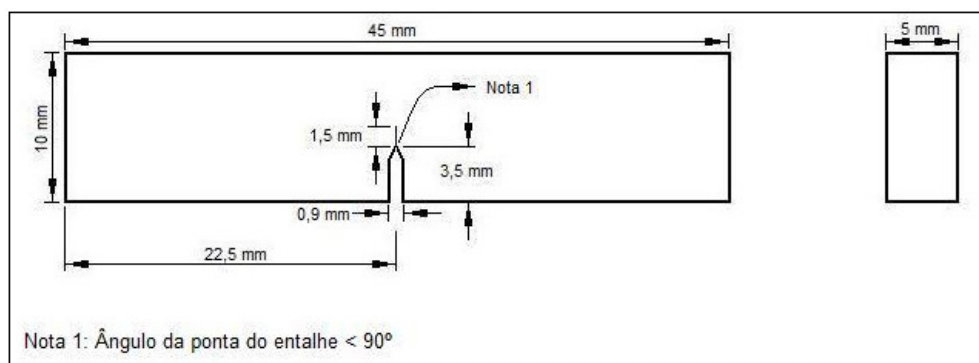


Figura 3.2: Dimensões do corpo-de-prova de flexão em 3 pontos segundo as normas ASTM E399 – 09 e ASTM E1820 – 08a

A foto da figura 3.3 mostra um exemplo de um corpo-de-prova pronto para o ensaio mecânico, cujas medidas obedecem às da figura 3.2.

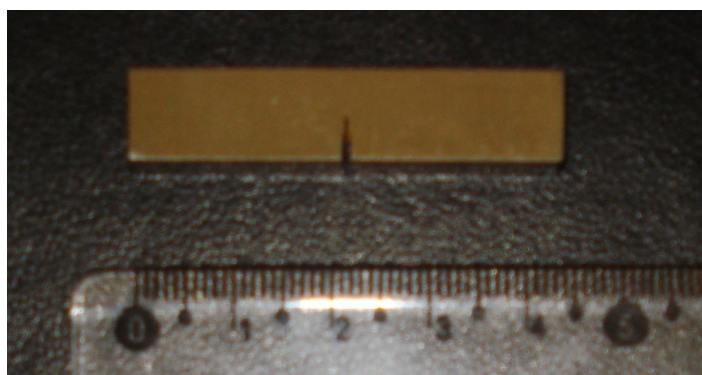


Figura 3.3: Corpo-de-prova usado no ensaio mecânico

3.5 Tratamento térmico dos corpos-de-prova

Antes da confecção do entalhe mostrado na figura 3.2, os corpos-de-prova passaram por um tratamento térmico de têmpera a 845 °C por 1 hora de maneira a obter uma austenitização total da

estrutura seguido de resfriamento em óleo à temperatura ambiente, resultando numa estrutura final martensítica. Logo em seguida foram realizados tratamentos de revenimento em três diferentes temperaturas (350, 400 e 500 °C) por mais 1 hora para cada bloco de corpos-de-prova, com resfriamento ao ar, obtendo a estrutura final martensítica revenida. A sequência dos tratamentos térmicos está resumida no esboço da figura 3.4.

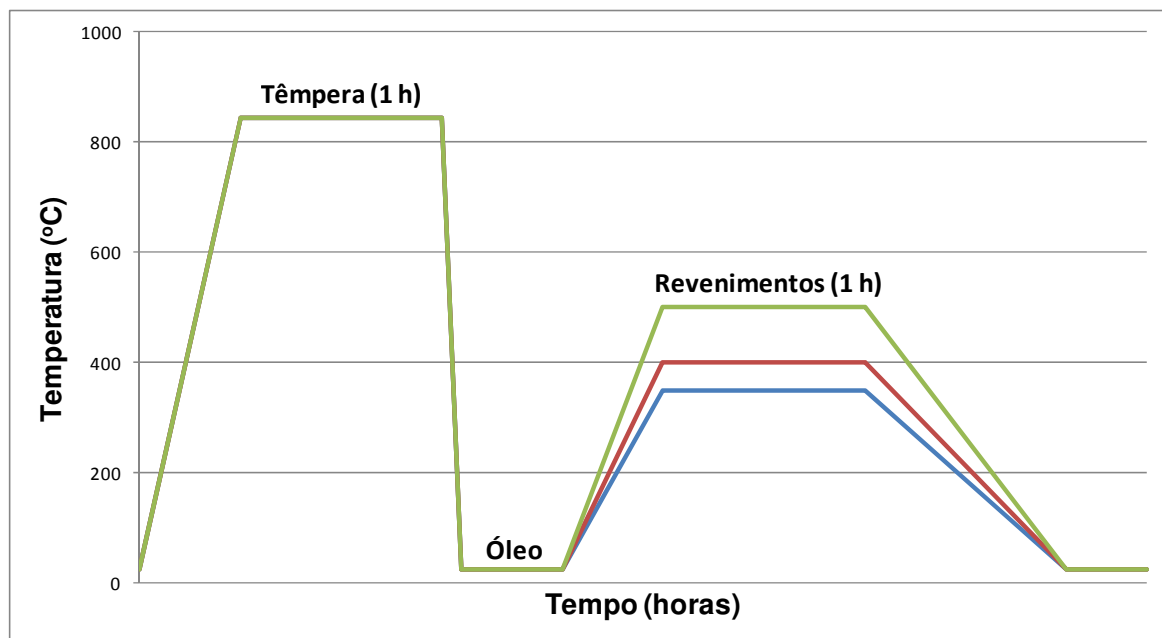


Figura 3.4: Esboço dos tratamentos térmicos dos corpos-de-prova

3.6 Ensaio de dureza

Após o tratamento térmico, de maneira a complementar os resultados dos ensaios mecânicos e das fractografias, foram realizados ensaios de dureza em amostras do aço AISI 4340 convencional e VAR sem tratamento térmico e com os tratamentos de 350, 400 e 500 °C num durômetro Pantec modelo RBS-M para a determinação das durezas Rockwell C referentes a cada tratamento térmico, seguindo como padrão de ensaio a norma ASTM E18 – 08b. Para a obtenção de um valor confiável de dureza para cada condição, dez medições foram realizadas em cada amostra e foi tomadas as médias entre elas.

3.7 Confeção dos entalhes

Após o tratamento térmico e medição da dureza, os corpos-de-prova foram entalhados de acordo com a figura 3.2. Nota-se que para cada corpo-de-prova foram feitos 2 entalhes, um com profundidade de 3,5 mm e outro com profundidade de 1,5 mm, totalizando 5 mm. Os entalhes foram realizados após o tratamento térmico pois como suas dimensões são muito reduzidas, qualquer alteração dimensional causada pelas diferenças de temperatura poderia causar alterações nos resultados obtidos, prejudicando os resultados dos ensaios.

Estes entalhes foram realizados pela técnica de eletroerosão a fio, que consiste basicamente num processo de remoção de material por uma sucessão de descargas elétricas, que ocorrem entre um eletrodo, que neste caso é um fio metálico, e a peça, através de um líquido dielétrico. Nesta técnica, a remoção é realizada por microfusão do material em uma porção muito localizada da peça, resultante do calor gerado pela descarga elétrica, obtendo uma grande precisão dimensional do entalhe.

O entalhe maior foi feito de modo a atender às especificações da norma ASTM E399 – 09, na configuração de um entalhe reto, como indicado pela figura 3.5, em que W representa a largura do corpo-de-prova, sendo este entalhe o ponto de partida para a abertura de uma pré-trinca de fadiga.

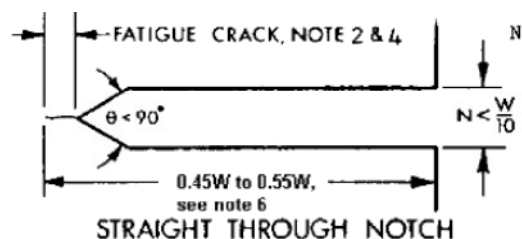


Figura 3.5: Tipo de entalhe escolhido para os ensaios (ASTM E399 – 09, p. 7)

O entalhe menor visa simular a pré-trinca de fadiga, sendo que a substituição da pré-trinca de fadiga pelo entalhe por eletroerosão a fio procura não comprometer os resultados dos ensaios, pois o entalhe foi feito com o menor diâmetro de fio possível, que é de 0,25 mm, levando a uma condição de alta severidade, ou seja, uma trinca bastante aguda, fator de maior interesse nos

ensaios de tenacidade à fratura. A figura 3.6 mostra uma fotografia dos entalhes feitos nos corpos-de-prova, com suas respectivas dimensões efetivas.

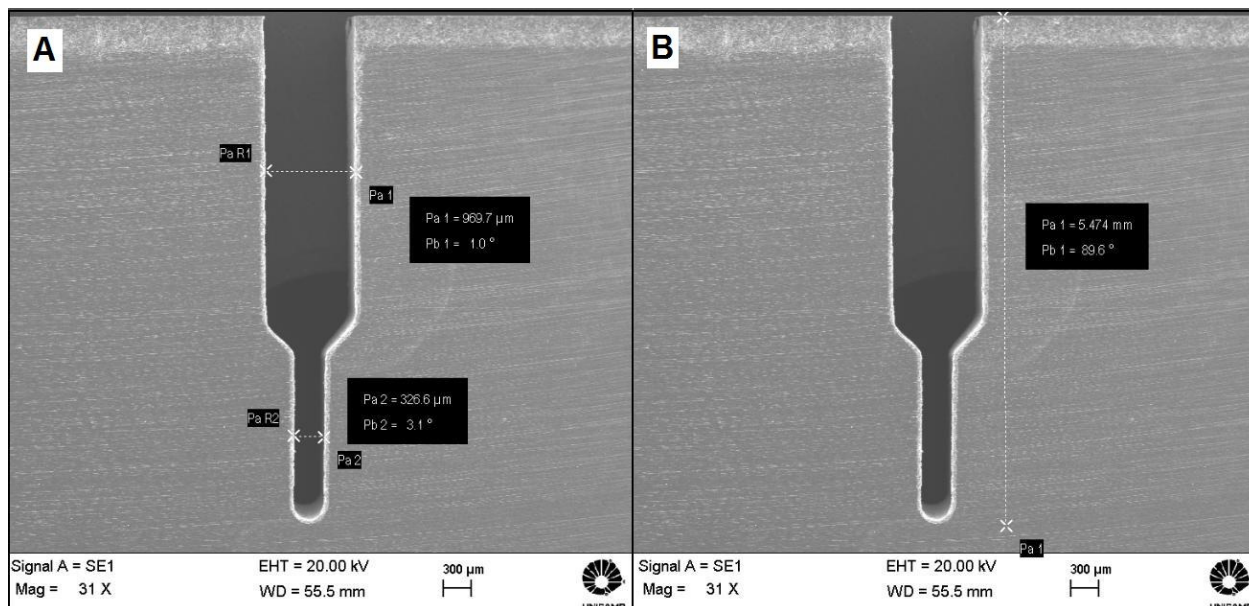


Figura 3.6: Fotografia do entalhe: a) largura do entalhe maior (0,97 mm) e largura do entalhe menor (0,33 mm); b) Profundidade total dos entalhes (5,47 mm). Microscopia eletrônica de varredura

Nota-se na figura 3.6 que as dimensões efetivas do entalhe são ligeiramente maiores do que as especificadas. Isto se deve primeiramente às medições, que devido ao tamanho extremamente reduzido do entalhe podem apresentar erros e também ao próprio processo de fabricação dos entalhes, pois como os fios para eletroerosão têm as medidas especificadas, é de se esperar que os entalhes realizados por estes fios fiquem com largura um pouco acima do diâmetro dos fios.

3.8 Carregamento de hidrogênio

Para se determinar os parâmetros utilizados no carregamento de hidrogênio, primeiramente foi preparada uma amostra de cada aço (com e sem refino VAR) temperada e revenida a 400 °C na forma de discos cilíndricos de 2,5 mm de espessura conforme mostra o exemplo de um dos discos usados na figura 3.7. Para se obter uma condição de superfície propícia para garantir uma

boa adsorção e absorção de hidrogênio no metal, estes discos foram lixados na sequência de lixas de carbeto de silício com granulometrias de 100, 220, 320 e 400.



Figura 3.7: Amostra usada na determinação do tempo de carregamento de hidrogênio

Estas amostras foram montadas numa célula eletroquímica (figura 3.8), cuja montagem consta de dois compartimentos de vidro separados pela amostra, que é o eletrodo de trabalho. Nestes compartimentos foi colocada uma solução de H_2SO_4 com concentração de 0,01M no lado B indicado na figura, que é onde o hidrogênio foi produzido, e uma solução de NaOH com concentração de 0,1M no lado A, onde o hidrogênio que atravessou a amostra foi detectado. Também constam na célula um eletrodo de referência de calomelano saturado e por fim um contra-eletrodo de platina, ambos dispostos no lado A da célula. Esta célula foi conectada a um potenciostato/galvanostato EG&G Princeton Applied Research modelo 273A de maneira a induzir as reações e realizar as medições. Todo este aparato foi conectado a um computador para o tratamento de dados através do software Powersuite.

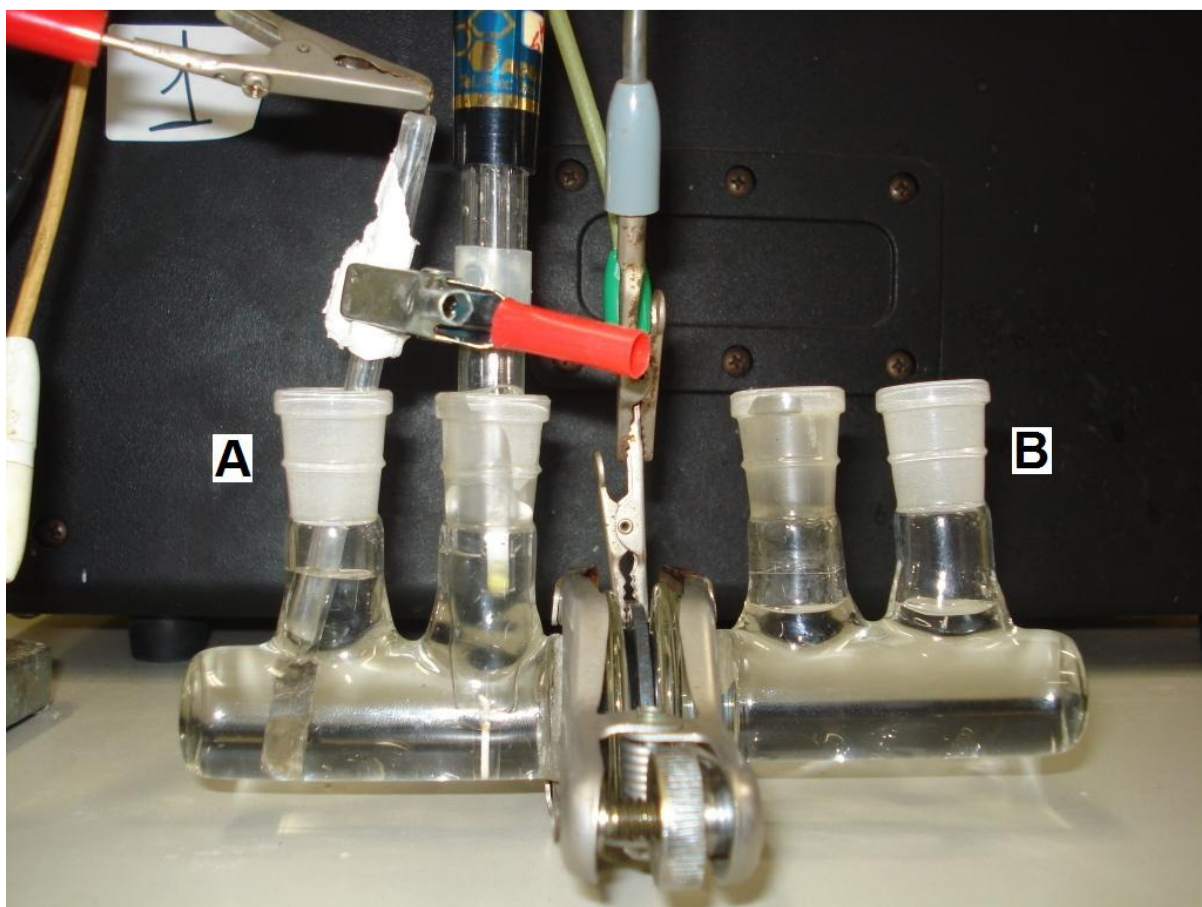


Figura 3.8: Célula eletroquímica para a determinação do tempo de carregamento de hidrogênio

O motivo da montagem desta célula antes do carregamento de hidrogênio nos corpos-de-prova de tenacidade à fratura foi para determinar quanto tempo é necessário para que seja garantido que exista uma quantidade de hidrogênio atravessando a estrutura do material, e conseqüentemente, uma parte do hidrogênio sendo retida no mesmo. Isto é possível determinar através da medição da corrente no lado A da figura 3.8, pois a partir do momento em que a corrente começa a subir, significa que parte do hidrogênio que foi gerado no lado B já atravessou a amostra e se encontra no lado A.

Os resultados obtidos neste pré-ensaio estão mostrados nas figuras 3.9 e 3.10 da sequência, que indicam uma corrente mínima de 549,5 nA, ou seja, o início da detecção do hidrogênio, em um tempo de ensaio de 12420 segundos (3,45 horas) para o aço convencional e uma corrente mínima de 136,7 nA num tempo de 11280 segundos (3,13 horas) para o aço VAR.

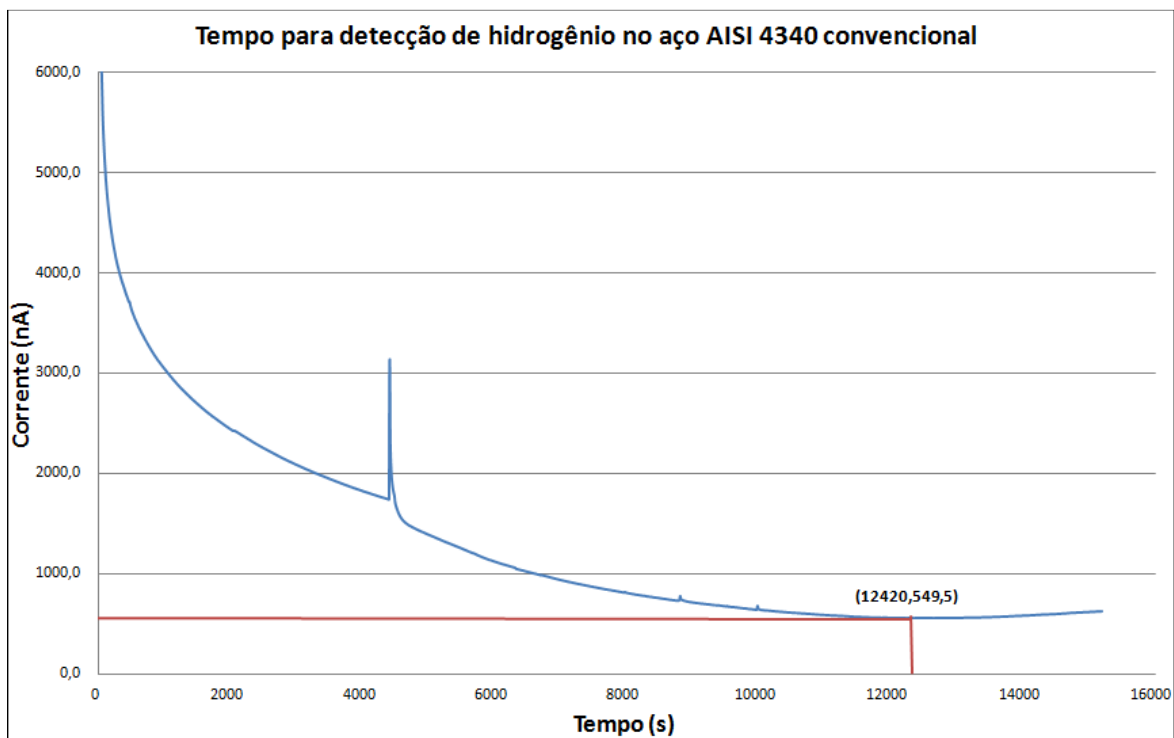


Figura 3.9: Corrente em função do tempo para a determinação do tempo de detecção de hidrogênio no aço AISI 4340 convencional

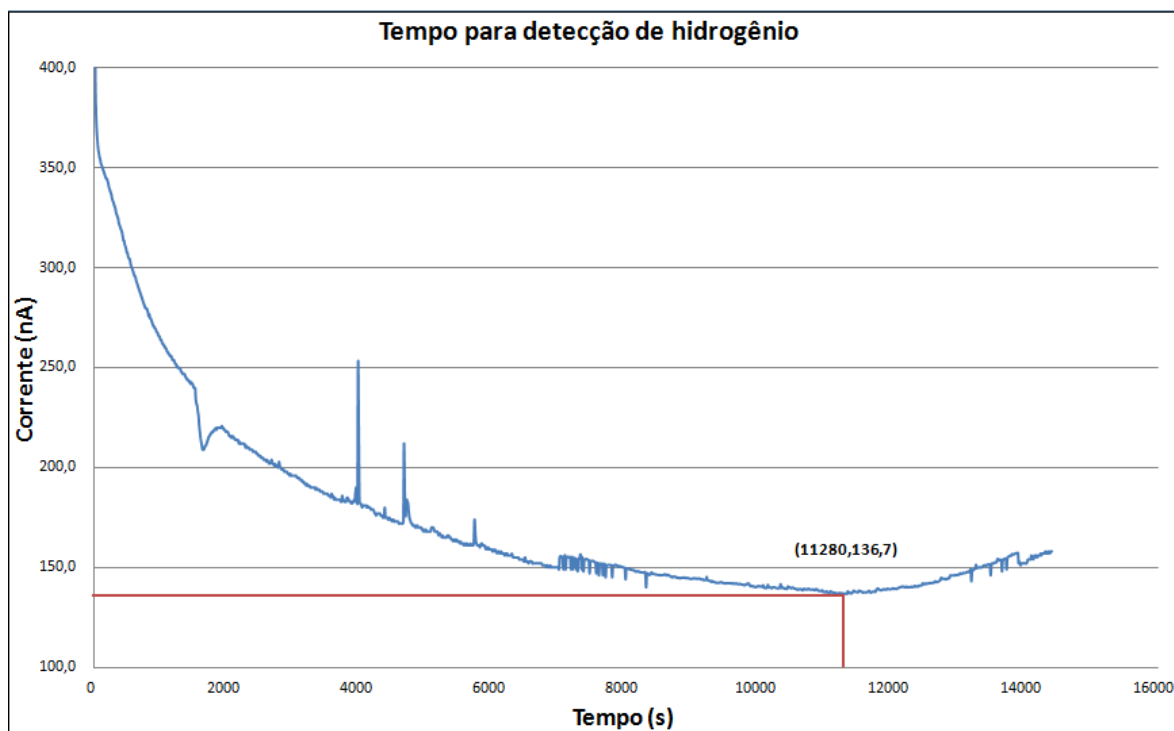


Figura 3.10: Corrente em função do tempo para a determinação do tempo de detecção de hidrogênio no aço AISI 4340 VAR

Esta diferença nas correntes mínimas e nos tempos de detecção do hidrogênio entre o aço AISI 4340 convencional e o VAR podem ter ocorrido devido ao fato do aço VAR possuir uma quantidade menor de impurezas que o convencional, como foi visto na seção 3.1. Isto porque como estas impurezas funcionam como aprisionadores de hidrogênio, o mesmo pode ter levado mais tempo para saturar a estrutura do aço convencional devido à maior quantidade de aprisionadores para a sua acomodação, levando a um tempo maior para ele atravessar toda a extensão da amostra e ser detectado do outro lado.

A partir das figuras 3.9 e 3.10 foram determinados os tempos de carregamento de hidrogênio como explicado na seção 3.3, que são de 6 e 9 horas, pois com estes tempos de carregamento se tem a certeza de que existe uma certa quantidade de hidrogênio retida nos corpos-de-prova. É importante ressaltar que também foi realizado um carregamento de hidrogênio nas amostras do aço AISI 4340 convencional temperadas e revenidas a 350 e 400 °C por um tempo de 3 horas para se ter uma estimativa se este tempo, que é menor do que o necessário para a detecção do hidrogênio conforme as figuras 3.9 e 3.10, é suficiente para causar alguma fragilização.

Após determinado o tempo, parte-se para a montagem do aparato para o carregamento de hidrogênio nos corpos-de-prova de tenacidade à fratura aparente, conforme mostra o esquema da figura 3.11.

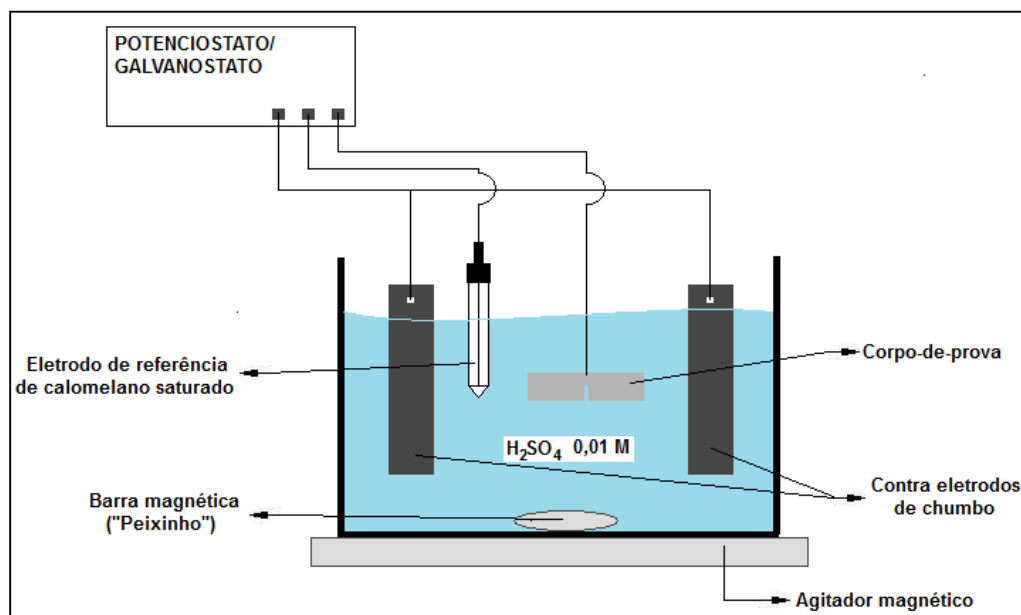


Figura 3.11: Aparato para o carregamento de hidrogênio nos corpos-de-prova de tenacidade à fratura aparente

A montagem consta de um béquer de um litro para a colocação da solução de H_2SO_4 com concentração de 0,01M, que é responsável pela geração de hidrogênio, um arame de titânio (para realizar o contato) ligado ao corpo-de-prova, que é o eletrodo de trabalho, duas placas de chumbo dispostas opostamente no béquer, que são os contra eletrodos e o eletrodo de referência de calomelano saturado. Tudo isso montado sobre um agitador de maneira a impedir que as bolhas formadas durante a reação fiquem presas na superfície do eletrodo de trabalho, impedindo a adsorção de hidrogênio na peça. O aparato foi ligado ao potenciostato/galvanostato EG&G Princeton Applied Research modelo 273A para a aplicação de uma densidade de corrente de 10 mA/cm^2 no corpo-de-prova e induzir a reação.

É importante ressaltar que a concentração de 0,01M da solução de H_2SO_4 foi determinada de maneira a evitar qualquer efeito de corrosão sobre os corpos-de-prova, pois esta concentração, em que é utilizado 0,5 mililitros de H_2SO_4 de alta pureza para cada 999,5 mililitros de água destilada, apesar de fornecer a quantidade de hidrogênio necessária para o carregamento, não é suficiente para causar a corrosão, o que poderia influenciar nos resultados, invalidando-os.

3.9 Ensaio de tenacidade à fratura aparente

Após todos os procedimentos anteriores, a parte mais importante do trabalho é o ensaio de tenacidade à fratura aparente, que têm por objetivo gerar os dados necessários para o cálculo da tenacidade a fratura aparente K_A . O ensaio de tenacidade à fratura em corpos-de-prova de flexão em 3 pontos consiste em apoiar as extremidades do corpo-de-prova com o entalhe para baixo em suportes e aplicar uma carga no centro do mesmo, com uma velocidade de deslocamento determinada (neste caso é de 2 mm/min) até a fratura do mesmo, obtendo como resultado uma curva da força em função do deslocamento.

3.9.1 Diferenças entre o ensaio normatizado e o realizado

É possível observar que algumas mudanças foram realizadas no ensaio de tenacidade de fratura aparente em relação ao normatizado, que está explicado na seção 2.8. Estas mudanças invalidam os resultados de tenacidade à fratura encontrados, como será observado na seção 4.4, sendo por este motivo definidos por tenacidade à fratura aparente. Porém, como o objetivo do trabalho presente é a avaliação do efeito do hidrogênio na estrutura do aço AISI 4340 e não a medição da tenacidade à fratura do mesmo, estes resultados, juntamente com as análises de superfície de fratura, se tornam importantes na medida em que mostram o prejuízo às propriedades mecânicas que o hidrogênio causa neste material. Um resumo das diferenças do ensaio normatizado e o realizado é mostrado na tabela 3.4.

Tabela 3.4: Diferenças entre o ensaio normatizado pela ASTM E399 – 09 e o ensaio realizado

	Ensaio normatizado (ASTM E399 - 09)	Ensaio realizado
Pré trinca	Fadiga (trinca aguda)	eletroerosão a fio (0,25 mm)
Curva obtida	Carga X Abertura da boca da trinca (CMOD)	Carga X Deslocamento do ponto de aplicação da carga
Critério de validação 1	$\frac{P_{máx}}{P_Q} \leq 1,10$	Não validado para a condição de revenimento de 500 oC não hidrogenado (Seção 4.4)
Critério de validação 2	$2,5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_e} \right)^2 \leq (W - a)$	Não validado para todas as condições (Seção 4.4)

3.10 Análise da superfície de fratura

Realizados os ensaios e calculados os K_{AS} , as superfícies de fratura foram analisadas num microscópio eletrônico de varredura (MEV) ZEISS modelo EVO MA15 com o objetivo de verificar eventuais mudanças no micromecanismo de fratura dos corpos-de-prova hidrogenados e sem carregamento de hidrogênio, de maneira a correlacionar os resultados obtidos nos ensaios mecânicos com o micromecanismo de fratura, sendo outro importante indicativo do grau de fragilização causado pela presença do hidrogênio.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após toda a parte experimental, muitos dados importantes foram levantados e são analisados na sequência com o objetivo de correlacionar os resultados dos diferentes ensaios com o fenômeno da fragilização por hidrogênio no aço AISI 4340.

4.1 Quantidade de microinclusões

Conforme visto na seção 3.2, antes do ataque químico para a revelação da microestrutura foram tiradas fotos das superfícies das amostras para mostrar a quantidade de microinclusões presentes na estrutura cristalina dos aços AISI 4340 convencional e VAR, conforme mostra a figura 4.1, onde os pontos escuros indicam a presença de inclusões e segundas fases.

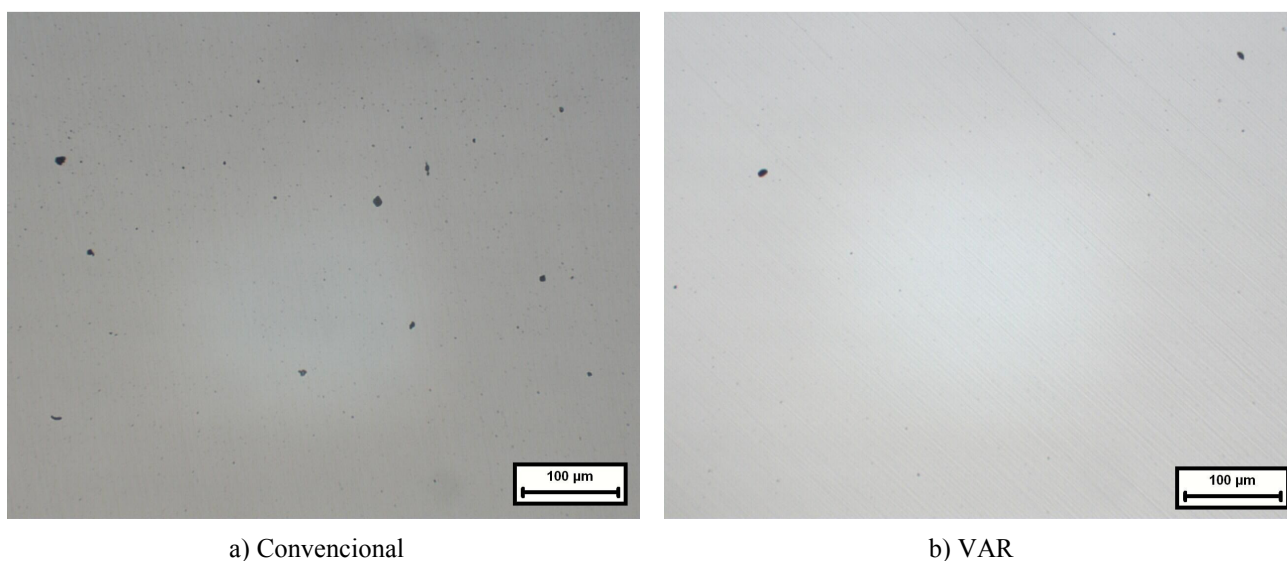


Figura 4.1: Inclusões e segundas fases presentes no aço AISI 4340

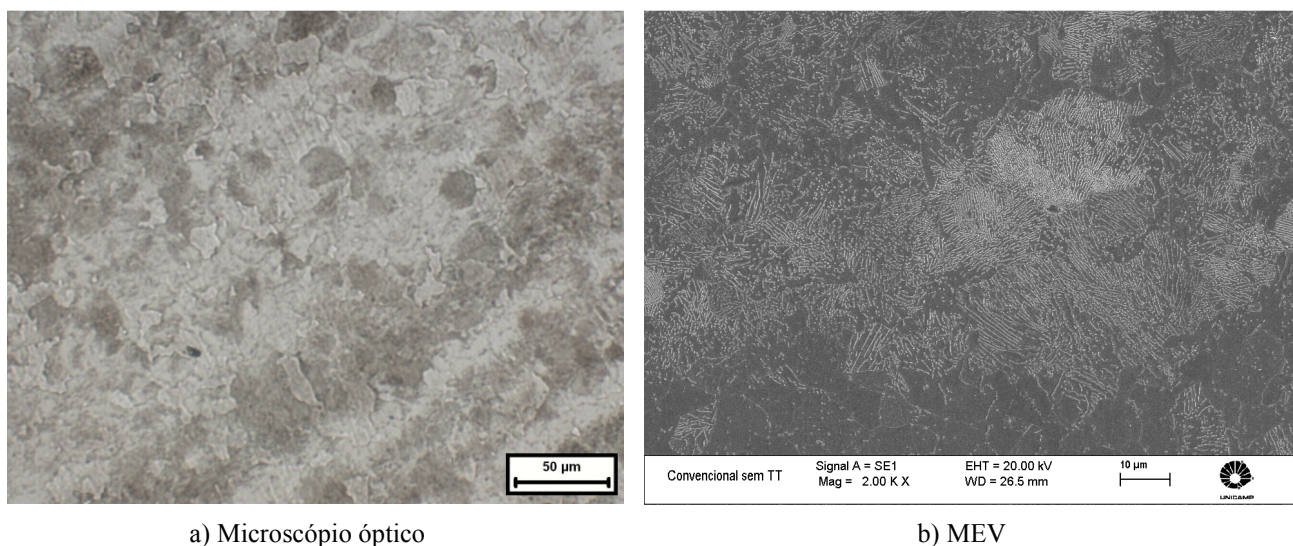
Observando as figuras 4.1a e 4.1b e realizando uma análise qualitativa, é possível concluir que o aço AISI 4340 VAR apresenta uma quantidade menor destes tipos de defeitos. Este

resultado era de se esperar devido ao processo VAR ser realizado justamente para reduzir a quantidade de microinclusões presentes no aço, de maneira a se obter uma liga mais refinada.

Estes resultados podem alterar sensivelmente a susceptibilidade do aço AISI 4340 à fragilização por hidrogênio, como será verificado nas seções 4.4 e 4.5, devido à menor quantidade de microinclusões, que de acordo com Lee (2004), Liu (2008) e Nanninga (2009) agem como aprisionadores de hidrogênio e podem levar a fraturas intergranulares.

4.2 Microestruturas

A análise metalográfica realizada no aço AISI 4340 convencional sem tratamento térmico evidenciou estrutura de perlita e ferrita proeutetóide conforme mostra a figura 4.2.



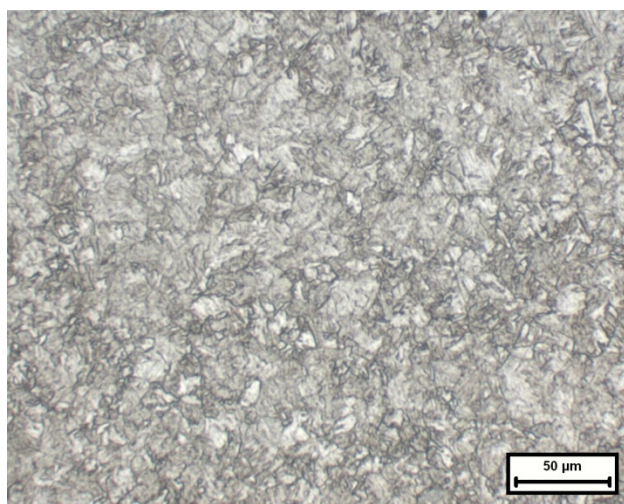
a) Microscópio óptico

b) MEV

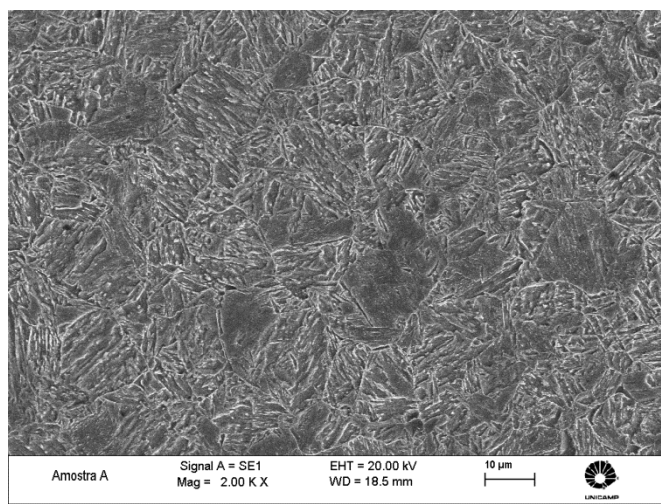
Figura 4.2: Microestrutura do aço AISI 4340 convencional sem tratamento térmico

Na figura 4.2b, em que a foto foi tirada no MEV, fica mais evidente a distinção das fases, sendo a fase lamelar perlita (ferrita e cementita) enquanto que a fase escura a ferrita próeutetóide. Este resultado está de acordo com Callister (2007), pois como este é um aço hipoeutetóide e foi resfriado lentamente em seu processo de fabricação, esta é a estrutura resultante.

As análises metalográficas do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C, 400 °C e 350 °C encontram-se nas figuras 4.3, 4.4 e 4.5 respectivamente, mostrando que todos eles apresentaram uma estrutura martensítica revenida, conforme era esperado após os tratamentos térmicos.

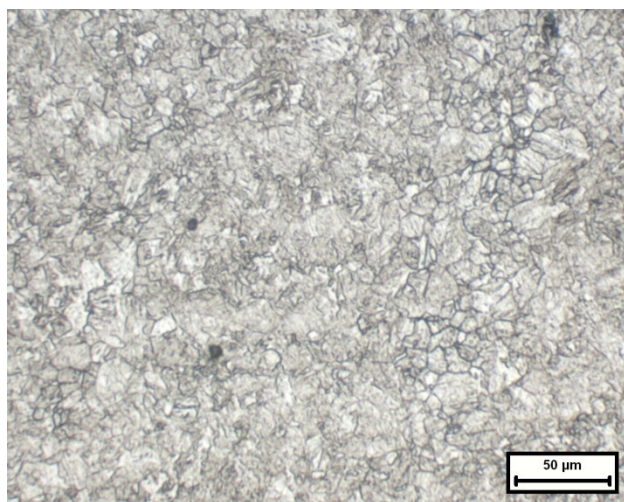


a) Microscópio óptico

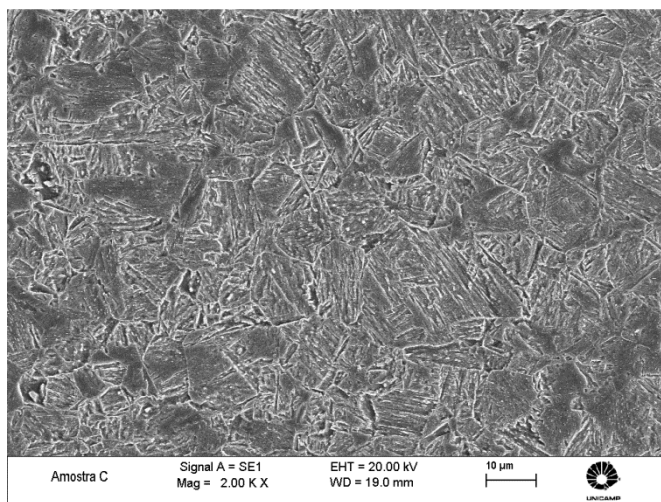


b) MEV

Figura 4.3: Microestrutura do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C

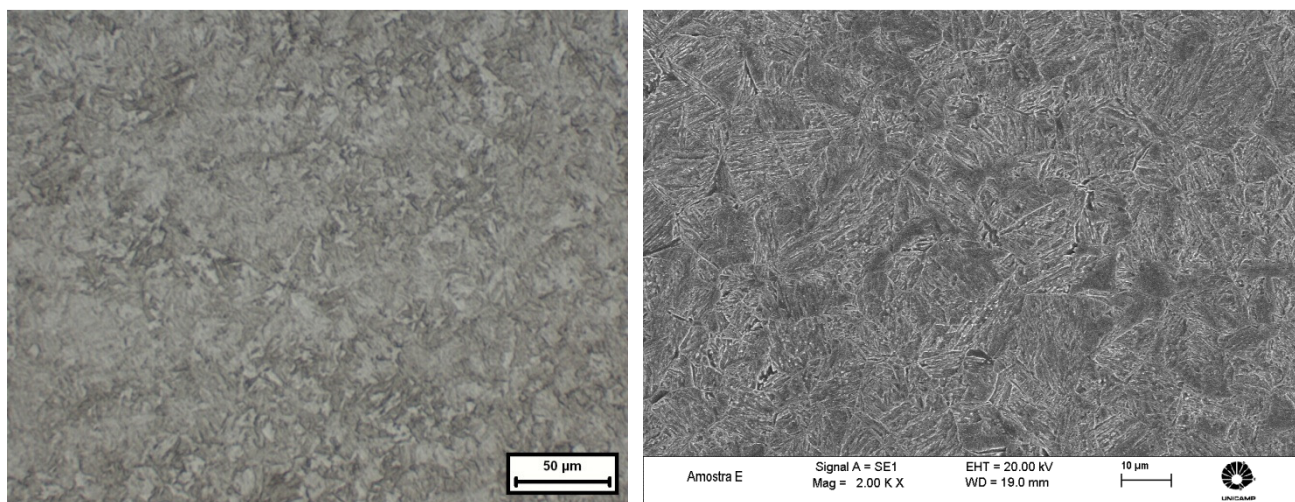


a) Microscópio óptico



b) MEV

Figura 4.4: Microestrutura do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 400 °C



a) Microscópio óptico

b) MEV

Figura 4.5: Microestrutura do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 350 °C

De acordo com Reed-Hill (1982), as reações que ocorrem durante o revenimento podem ser divididas em cinco estágios: no primeiro há a precipitação do carbono presente na estrutura TCC da martensita na forma de um carboneto que não é cementita (Fe_3C), resultando numa estrutura bifásica de carboneto e martensita de baixo carbono; no segundo estágio, ocorre a decomposição da austenita retida (se houver) em bainita caso a temperatura esteja entre 100 °C e 300 °C ou em martensita caso a temperatura esteja abaixo de 100 °C; o terceiro estágio compreende a formação de cementita e ferrita a partir dos produtos das reações das etapas um e dois; o quarto estágio envolve o crescimento das partículas de cementita e; o quinto estágio se aplica principalmente aos aços-liga, com a formação de compostos intermediários e carbonetos complexos. Portanto, ao final do último estágio a estrutura resultante é bifásica, com partículas muito pequenas de cementita, envoltas numa matriz de ferrita, podendo também haver partículas de outros carbonetos no caso de aços-liga.

Callister (2007) afirma ainda que as dimensões das partículas de cementita são dependentes do tempo e temperatura de revenimento, sendo que quanto maiores estes parâmetros, maior será o crescimento destas partículas e menor a quantidade. É possível observar esta tendência nas figuras 4.3, 4.4 e 4.5, que pelos tempos de revenimento terem sido todos iguais a uma hora, o tamanho das partículas de cementita ficou sendo função apenas da temperatura de revenimento. No caso do revenimento a 500 °C as partículas de cementita são maiores que as resultantes do revenimento a 400 °C, que por sua vez são maiores que as resultantes do revenimento a 350 °C.

Tanto Reed-Hill (1982) quanto Callister (2007) constataram que quanto menores as dimensões das partículas de cementita, ou seja, quanto menores os tempos e temperaturas de revenimento, maiores serão as durezas e resistências mecânicas resultantes devido ao fato da grande quantidade de partículas pequenas gerarem uma extensa área de contato (contornos) por unidade de volume entre a cementita e a ferrita, sendo que a cementita reforça a matriz de ferrita ao longo dos contornos, pois eles atuam como barreiras ao movimento de discordâncias.

Por este motivo é intuitivo entender que as durezas e resistências mecânicas resultantes dos revenimentos mostrados nas micrografias das figuras 4.3, 4.4 e 4.5 serão maiores na medida em que se diminuiu a temperatura de revenimento.

Os resultados das micrografias realizadas no aço AISI 4340 VAR sem tratamento térmico e com revenimentos de 500 °C, 400 °C e 350 °C foram obtidos segundo o mesmo procedimento realizado para o convencional e são mostrados nas figuras 4.6, 4.7, 4.8 e 4.9.

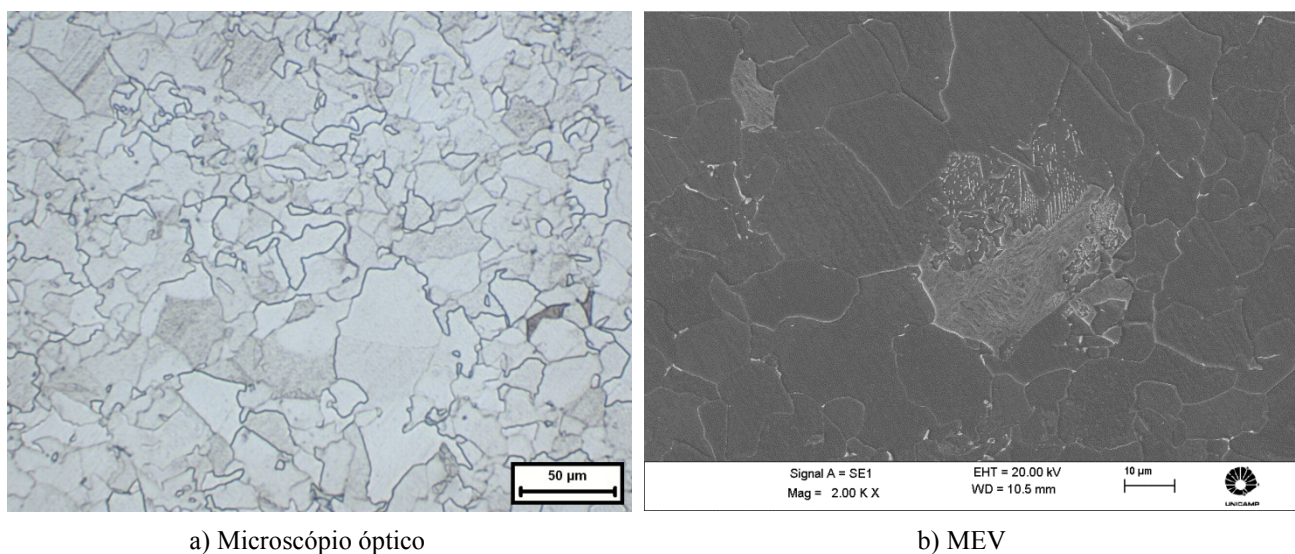
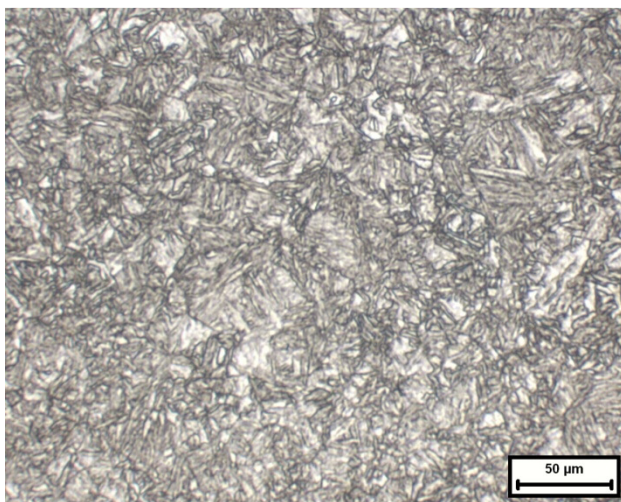
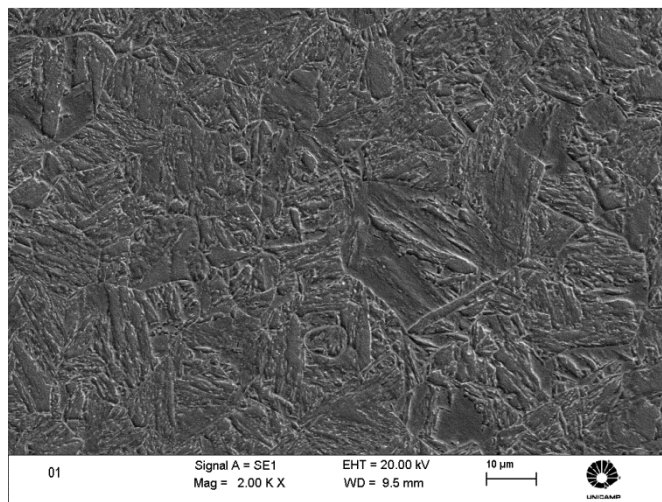


Figura 4.6: Microestrutura do aço AISI 4340 VAR sem tratamento térmico

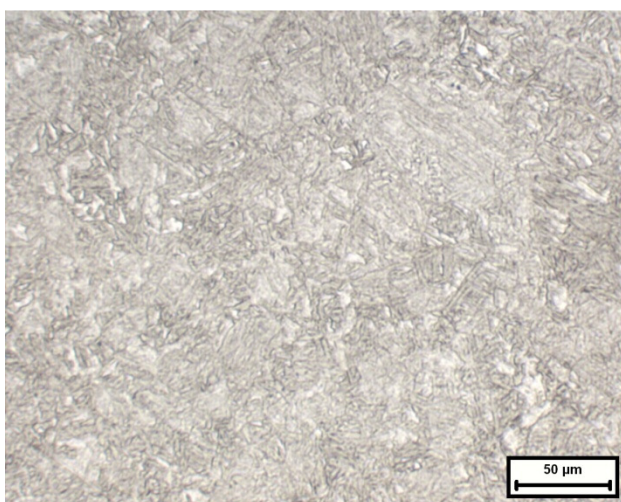


a) Microscópio óptico

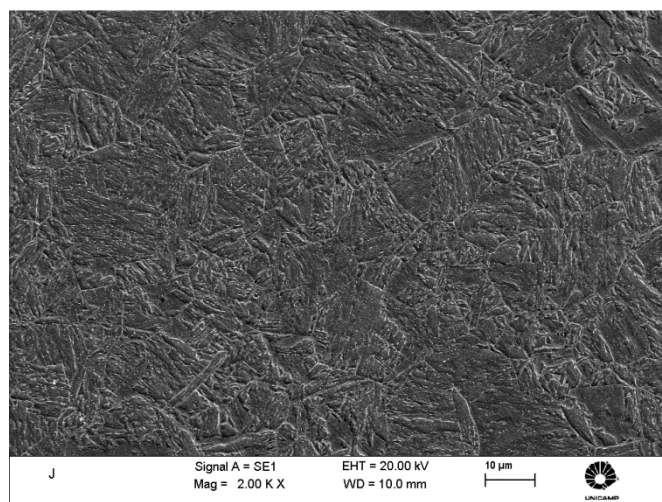


b) MEV

Figura 4.7: Microestrutura do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 500 °C

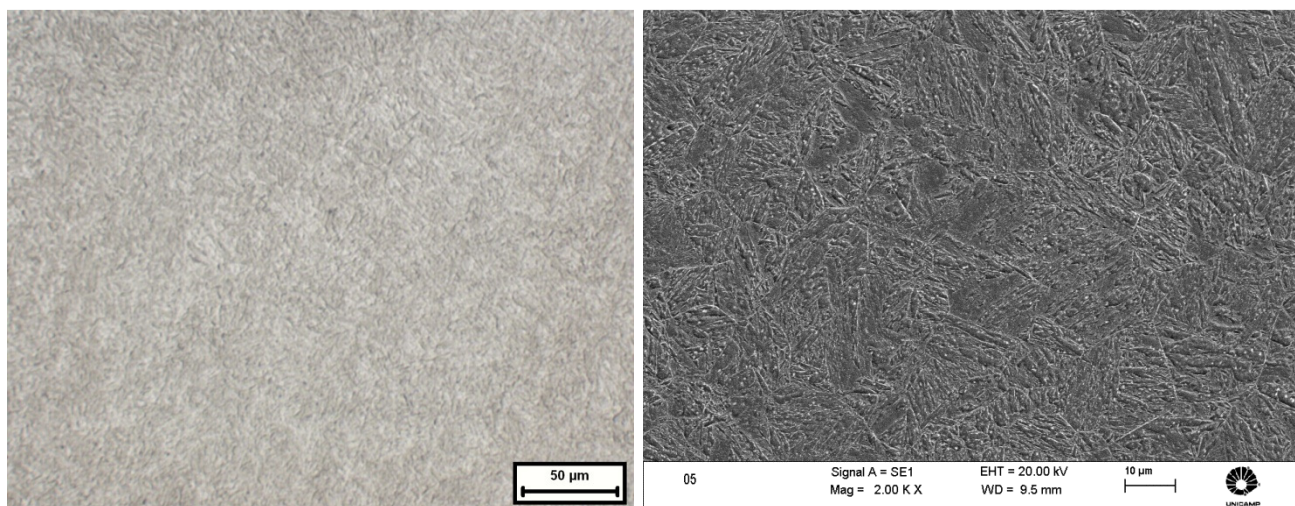


a) Microscópio óptico



b) MEV

Figura 4.8: Microestrutura do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 400 °C



a) Microscópio óptico

b) MEV

Figura 4.9: Microestrutura do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 350 °C

No caso do aço AISI 4340 VAR também é observada uma estrutura de perlita e ferrita próeutetóide para a condição sem tratamento térmico (figura 4.6) e ainda fica evidente a maior quantidade e menores dimensões das partículas de cementita nos aços revenidos a menores temperaturas (figuras 4.7, 4.8 e 4.9), que pelos mesmos motivos apontados na análise do aço convencional, elevam a dureza da estrutura final.

4.3 Durezas e propriedades mecânicas relacionadas

Realizada a análise metalográfica em todas as condições utilizadas no trabalho, ensaios de dureza foram feitos segundo procedimento da seção 3.6, cujos resultados das medições para o aço AISI 4340 convencional constam na tabela 4.1. Nesta mesma tabela também são encontradas as propriedades mecânicas relacionadas a estas durezas que foram calculadas a partir de dados do ASM Handbook (1993), sendo que, quando necessário, estes foram os valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração utilizados no trabalho para cada condição de tratamento térmico.

Tabela 4.1: Resultados das propriedades mecânicas do aço AISI 4340 convencional

	Dureza Rockwell C (HRC)	Desvio Padrão (HRC)	Dureza Rockwell C [ASM Handbook (HRC)]	Limite de escoamento [ASM Handbook (MPa)]	Limite de resistência à tração [ASM Handbook (MPa)]
Sem tratamento térmico	19	0,56	-	-	-
Revenido a 500 °C	39	1,05	41	1112	1233
Revenido a 400 °C	45	1,61	47	1353	1475
Revenido a 350 °C	47	1,28	49	1457	1580

Estes resultados mostram que houve uma pequena diferença entre os valores medidos dos constantes no ASM Handbook (1993), que para as mesmas temperaturas de revenido apresentam uma dureza de aproximadamente 2 pontos acima de cada um dos valores encontrados. Isto pode ter ocorrido devido a diferenças no procedimento de têmpera e revenido usado em relação ao utilizado pelo ASM Handbook (1993).

Os resultados dos ensaios de dureza do aço AISI 4340 VAR e suas propriedades mecânicas calculadas a partir do ASM Handbook (1993) constam na tabela 4.2.

Tabela 4.2: Resultados das propriedades mecânicas do aço AISI 4340 VAR

	Dureza Rockwell C (HRC)	Desvio Padrão (HRC)	Dureza Rockwell C [ASM Handbook (HRC)]	Limite de escoamento [ASM Handbook (MPa)]	Limite de resistência à tração [ASM Handbook (MPa)]
Sem tratamento térmico	17	1,36	-	-	-
Revenido a 500 °C	42	0,97	41	1253	1374
Revenido a 400 °C	45	0,84	47	1396	1519
Revenido a 350 °C	46	1,10	49	1436	1559

Verifica-se também uma pequena diferença nos resultados de dureza do material utilizado para os encontrados no ASM Handbook (1993), também devido a possíveis diferenças nos procedimentos de têmpera e revenimento.

Se forem comparadas as durezas referentes à tabela 4.1 e 4.2 nota-se que, com exceção das amostras que não foram tratadas termicamente, o desvio padrão das medições no aço convencional foi maior que no VAR, além das faixas de dureza dos aços tratados termicamente terem sido de 39 a 47 HRC no convencional e 42 a 46 HRC no VAR, ou seja, uma variação maior no convencional. Isto pode ter ocorrido devido à maior heterogeneidade resultante da fundição convencional, que produz uma maior segregação das fases, como pode ser visto na

microestrutura da figura 4.2a, enquanto que o refino VAR resulta numa maior homogeneidade estrutural, produzindo menores variações.

Ainda analisando as tabelas 4.1 e 4.2, é importante ressaltar que a susceptibilidade do aço AISI 4340 temperado e revenido à fragilização por hidrogênio é verificada quando o mesmo possui níveis de limite de resistência à tração acima de 1250 MPa, ou seja, durezas acima de aproximadamente 40 HRC (ASM Handbook, p. 1717, 2002). Por este motivo, com exceção da amostra temperada e revenida a 500 °C do aço AISI 4340 convencional, que apresentou uma dureza de 39 HRC, as amostras apresentam uma dureza elevada que mantém a susceptibilidade do aço AISI 4340 à fragilização por hidrogênio, não tornando esta diferença um problema, pois as variações nos resultados do ensaio mecânico serão função do tempo de carregamento de hidrogênio para cada nível de dureza.

4.4 Tenacidade à fratura aparente

Os gráficos de força em função do deslocamento gerados pelo ensaio de flexão em 3 pontos do aço AISI 4340 convencional foram todos do tipo I ou do tipo III, que de acordo com a figura 2.12, mostra o procedimento que deve ser utilizado para a determinação de P_Q , em que no tipo I P_Q é o ponto de intersecção da reta com a curva, enquanto que no tipo III P_Q é igual à carga máxima atingida no ensaio. Um exemplo de cada está mostrado nas figuras 4.10 (sem hidrogênio) e 4.11 (após hidrogenação) como forma de exemplificar seu formato, pois como cada corpo-de-prova gera um gráfico, torna-se repetitiva a colocação de todos eles no corpo do trabalho, sendo que as curvas referentes a todos os ensaios estão dispostas nos apêndices de A a F.

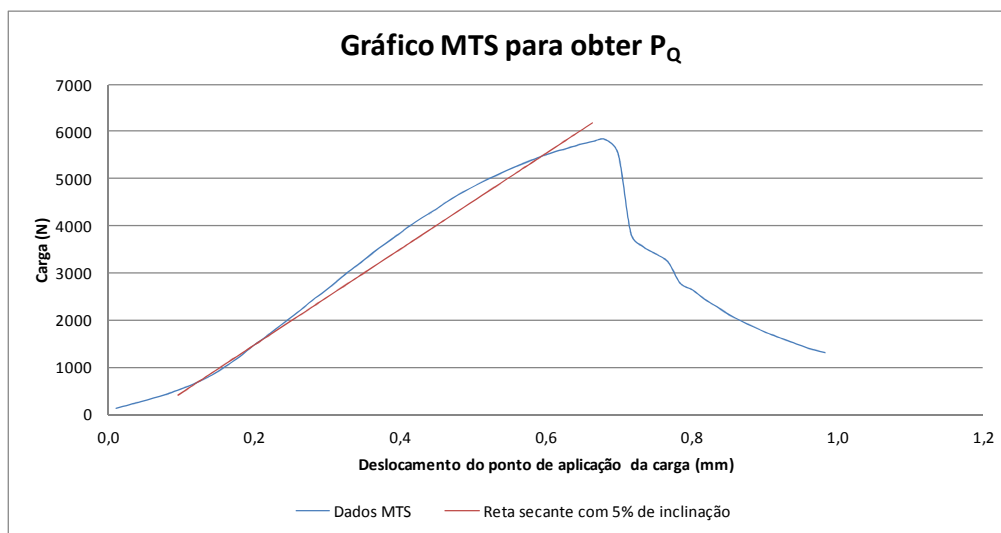


Figura 4.10: Formato do gráfico do tipo I (aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C sem hidrogenação)

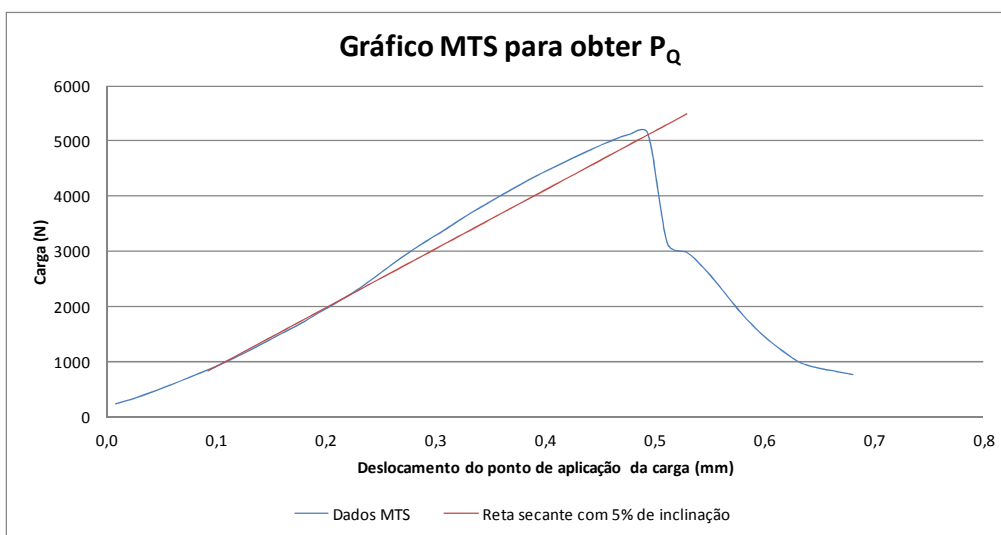


Figura 4.11: Formato do gráfico do tipo III (aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C após 6 horas de hidrogenação)

É importante ressaltar que quanto maior a severidade do tratamento térmico e da condição de hidrogenação, maior será a região elástica do ensaio e menor ou nula a região plástica, indicando uma maior resistência mecânica e uma tendência a obter gráficos do tipo III, enquanto que condições menos severas geram maiores regiões plásticas e gráficos do tipo I, indicando uma maior ductilidade, como pode ser observado nos gráficos 4.10 e 4.11.

A partir do levantamento destas curvas para todas as condições definidas parte-se para o cálculo dos valores de tenacidade à fratura aparente, cujos resultados são mostrados na sequência, separados para o aço AISI 4340 convencional e o VAR.

4.4.1 Aço AISI 4340 convencional

A partir do procedimento descrito no item 3.7, foram obtidos os valores de K_A para o aço AISI 4340 convencional sem carregamento de hidrogênio, com carregamento de 6 horas, com carregamentos de 9 horas e carregamentos de 3 horas para as condições de revenimento de 400 °C e 350 °C conforme resumido na tabela 4.3, onde também é possível visualizar a dureza resultante de cada tratamento térmico e também verificar o quanto houve de redução neste parâmetro nos corpos-de-prova hidrogenados em relação aos não hidrogenados.

Tabela 4.3: Resumo dos ensaios de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional

Temperatura de revenido	500 °C			400 °C				350 °C			
Dureza Rockwell C (HRC)	39			45				47			
Condição de hidrogenação	Não hidrogenado	6 horas	9 horas	Não hidrogenado	3 horas	6 horas	9 horas	Não hidrogenado	3 horas	6 horas	9 horas
Tenacidade à fratura aparente (MPa√m)	103,7	108,6	108,8	125,8	119,7	109,9	112,7	134,9	133,3	106,1	104,0
Porcentagem de redução em relação ao não hidrogenado	0,0%	-4,7%	-4,9%	0,0%	4,8%	12,6%	10,3%	0,0%	1,2%	21,4%	22,9%

A primeira análise que deve ser feita dos resultados destes ensaios é que para a condição de revenimento de 500 °C e sem carregamento de hidrogênio o critério 1 mostrado na tabela 3.4 não é validado. Isto pode ser explicado devido à menor dureza do mesmo, que em relação às outras condições o torna mais dúctil, levando seu resultado a apresentar uma maior influência da fratura elasto-plástica, invalidando este critério.

Além disso, em todas as condições analisadas nenhum deles foi aprovado no critério 2 de validação da tabela 3.4. que não foi atingido devido às dimensões dos corpos-de-prova serem muito reduzidas, levando os resultados do ensaio à região de instabilidade, ou seja, de fratura elasto-plástica, sendo este um dos motivos deste valor ser apenas uma tenacidade à fratura

aparente, não sendo um valor de K_{IC} válido, lembrando que o valor de K_A será apenas utilizado para a comparação das amostras carregadas e não carregadas com hidrogênio, objetivando avaliar seus efeitos.

Observando a tabela 4.3 fica evidente que se for analisada apenas a dureza em relação às tenacidades a fratura independentemente da condição de carregamento de hidrogênio ocorre uma inversão dos resultados que seriam esperados do ensaio, pois de acordo com Hertzberg (1996) limites de escoamento e de resistência à tração mais elevados, ou seja, maiores durezas, resultam em menores tenacidades à fratura, como mostra o esboço da figura 4.12, em que a seta indica o sentido para a melhora de ambas as propriedades.

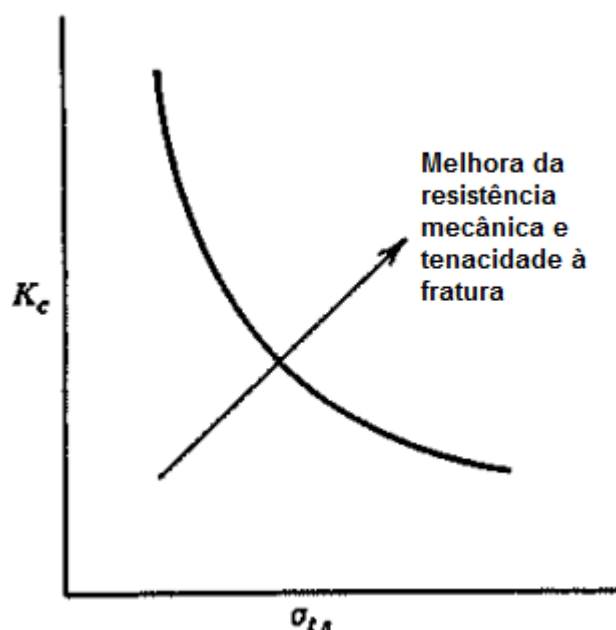


Figura 4.12: Relação inversa entre tenacidade à fratura e resistência mecânica (adaptado de HERTZBERG, 1996, p. 406)

No caso dos ensaios realizados o que se observou foi um aumento da tenacidade à fratura com o aumento da dureza, como mostra o gráfico da figura 4.13, que não avalia as condições de carregamento de hidrogênio, mas apenas o tratamento térmico, ou seja, a dureza.

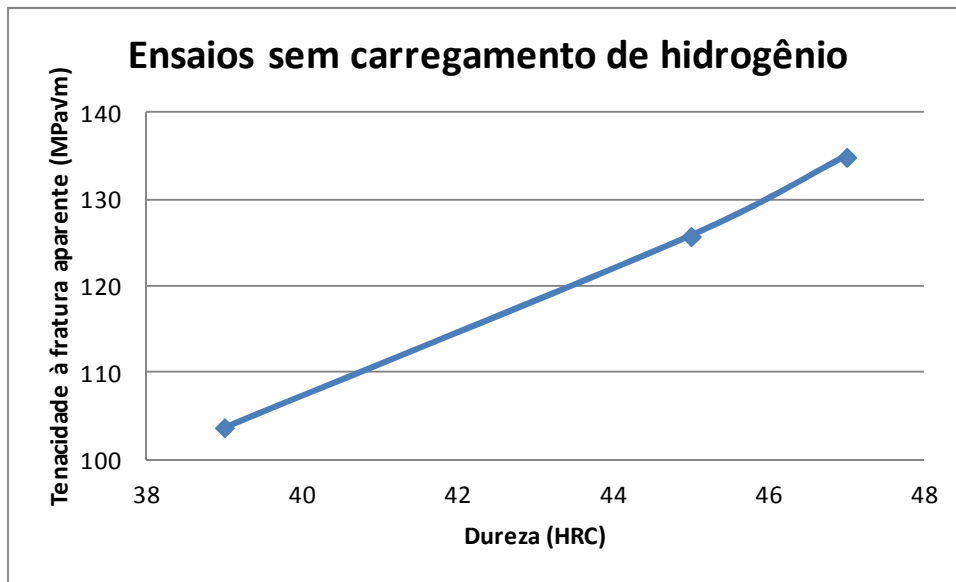


Figura 4.13: Resultados da tenacidade à fratura em função da dureza para o aço AISI 4340 convencional

Uma explicação provável para a ocorrência desta inversão pode ser a substituição da pré-trinca de fadiga pelo entalhe por eletroerosão a fio. Isto porque quando é realizada a pré-trinca de fadiga, é garantida a presença de uma trinca extremamente aguda, ou seja, com o raio de sua ponta tendendo a zero, que gera uma alta triaxialidade de tensões devido à relação inversa entre a tensão e o raio da ponta da trinca (HERTZBERG, 1996, p. 322). Por menor que tenha sido o entalhe realizado pela eletroerosão a fio, conclui-se que este não foi suficiente para causar a triaxialidade de tensões necessária devido ao final do entalhe ser “arredondado”. A figura 4.14 mostra um esboço de como seria a pré-trinca de fadiga comparada ao entalhe por eletroerosão a fio. Esta falta de triaxialidade de tensões pode ter provocado esta inversão da curva da tenacidade à fratura pela dureza.

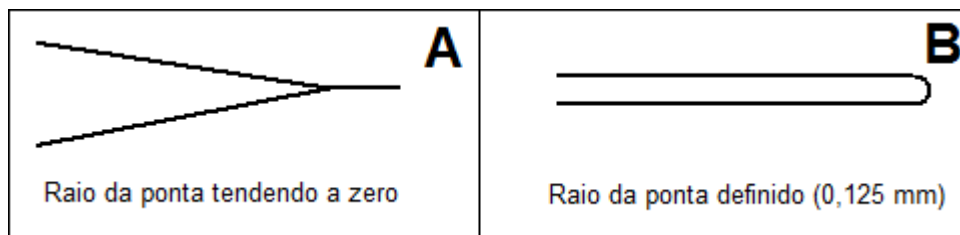


Figura 4.14: Comparação entre a pré-trinca de fadiga (A) e o entalhe feito por eletroerosão a fio (B)

Outro possível fator que pode ter provocado esta inversão foi a não conformidade dos ensaios com o critério de validação 2 mostrado na tabela 3.4. Por fim, a substituição da abertura da boca da trinca (CMOD) pelo deslocamento do ponto de aplicação da carga no eixo das abscissas das curvas dos ensaios também pode ter contribuído à inversão dos resultados esperados de tenacidade e dureza.

Partindo para a avaliação do efeito do hidrogênio na tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional, analisando a tabela 4.3 é possível observar resumidamente que na medida em que se diminuiu a temperatura de revenimento, a tenacidade à fratura aparente após carregamento de hidrogênio também foi prejudicada. Isto está de acordo com o que se era de esperar, pois como visto nas microestruturas das figuras 4.3, 4.4 e 4.5, as partículas de cementita na matriz ferrítica apresentam-se menores e em maior quantidade na medida em que se diminui a temperatura de revenido, causando um aumento da dureza, como é previsto por Reed-Hill (1982) e Callister (2007), sendo este aumento da dureza (diminuição da temperatura de revenimento) responsável pela maior susceptibilidade ao fenômeno da fragilização por hidrogênio.

Uma análise detalhada está dividida por temperatura de revenimento nas próximas seções.

4.4.1.1 Temperado e revenido a 500 °C

Com os resultados da tabela 4.3 é possível construir o gráfico da figura 4.15, que mostra a variação da tenacidade à fratura aparente com o tempo de carregamento de hidrogênio para a condição de revenimento de 500 °C, em que a porcentagem indica o quanto houve de variação deste parâmetro nos corpos-de-prova hidrogenados em relação aos não hidrogenados.

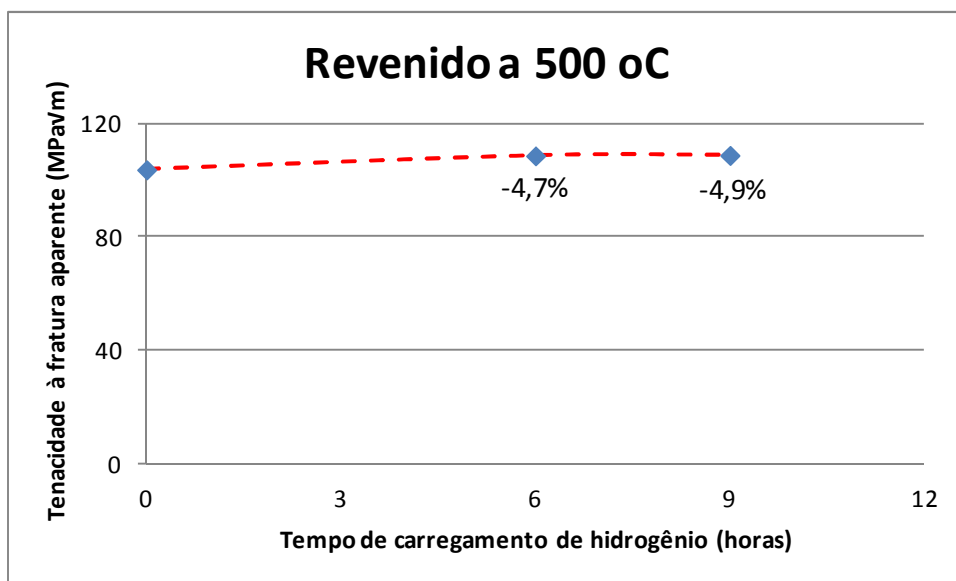


Figura 4.15: Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (Convencional revenido a 500 °C)

Nestas amostras foi possível observar que não houve redução nos valores da tenacidade à fratura dos aços hidrogenados por 6 e 9 horas em relação aos não hidrogenados. Na verdade o que ocorreu foi um leve aumento desse valor em 4,7% para os hidrogenados por 6 horas e 4,9% para os hidrogenados por 9 horas, que pode ser explicado pelas incertezas inerentes de todo ensaio mecânico, que podem resultar em variações nos resultados e também pelo fato da dureza final deste tratamento térmico ter sido menor que 40 HRC, que torna o aço relativamente dúctil e, de acordo com a ASM Handbook (2002), deixa de ser susceptível à fragilização por hidrogênio.

Além disso, estes resultados mostraram uma leve tendência de melhora na tenacidade à fratura aparente da liga nesta condição. Isto pode ter ocorrido devido ao fato de que como este aço apresentou-se relativamente dúctil e não susceptível ao fenômeno da fragilização, a presença do hidrogênio em sua estrutura provocou uma distorção em sua rede e causou um aumento na sua resistência mecânica, assim como, por exemplo, a presença do carbono no aço causa este efeito também pela sua distorção na rede.

4.4.1.2 Temperado e revenido a 400 °C

O gráfico da tenacidade à fratura aparente resultante dos ensaios para o aço AISI convencional temperado e revenido a 400 °C foi feito da mesma maneira e é mostrado na figura 4.16.

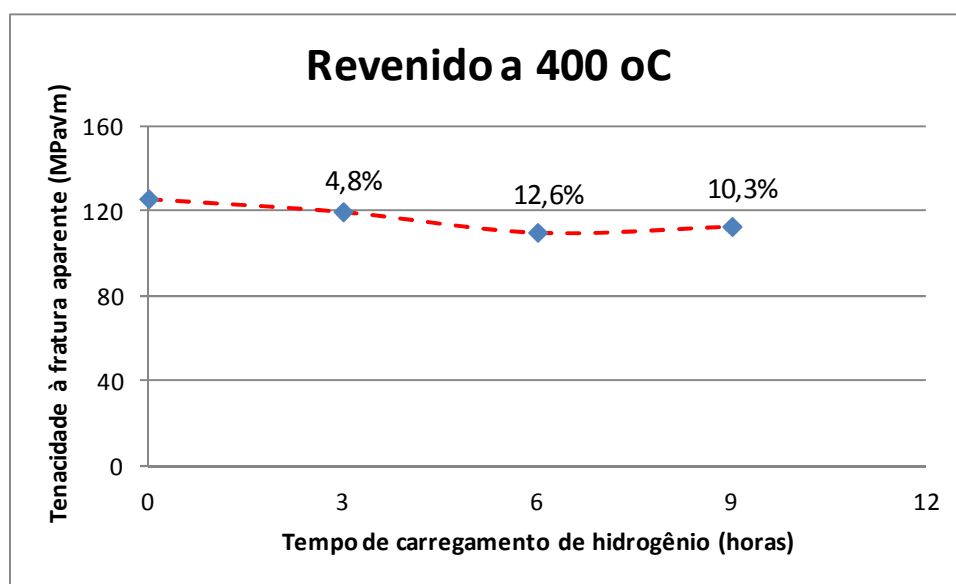


Figura 4.16: Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (Convencional revenido a 400 °C)

No caso destas amostras observou-se que uma hidrogenação por 3 horas causou uma pequena redução de 4,8% em relação ao não hidrogenado, que pelas variações inerentes do ensaio pode não ser um valor significativo, o que leva a concluir que este tempo não foi suficiente para causar uma fragilização no mesmo.

Para os casos de carregamentos de 6 e 9 horas já é possível verificar uma redução significativa da tenacidade à fratura aparente, sendo de 12,6% para 6 horas e de 10,3% para 9 horas, indicando que estes períodos de hidrogenação foram suficientes para fragilizar o metal. Estes resultados estão de acordo com o esperado, pois com uma dureza média de 45 HRC, o metal já se torna duro e frágil o suficiente para ser susceptível ao fenômeno.

Ainda é possível observar que o tempo de hidrogenação de 6 horas foi suficiente para saturar a estrutura cristalina do aço com hidrogênio, pois mesmo após o aumento do tempo de

carregamento para 9 horas não houve mais alterações expressivas na tenacidade à fratura aparente, mantendo-se por volta dos 10% em relação ao não hidrogenado.

4.4.1.3 Temperado e revenido a 350 °C

Os resultados dos ensaios realizados para a condição de revenimento de 350 °C resumem-se no gráfico da figura 4.17.

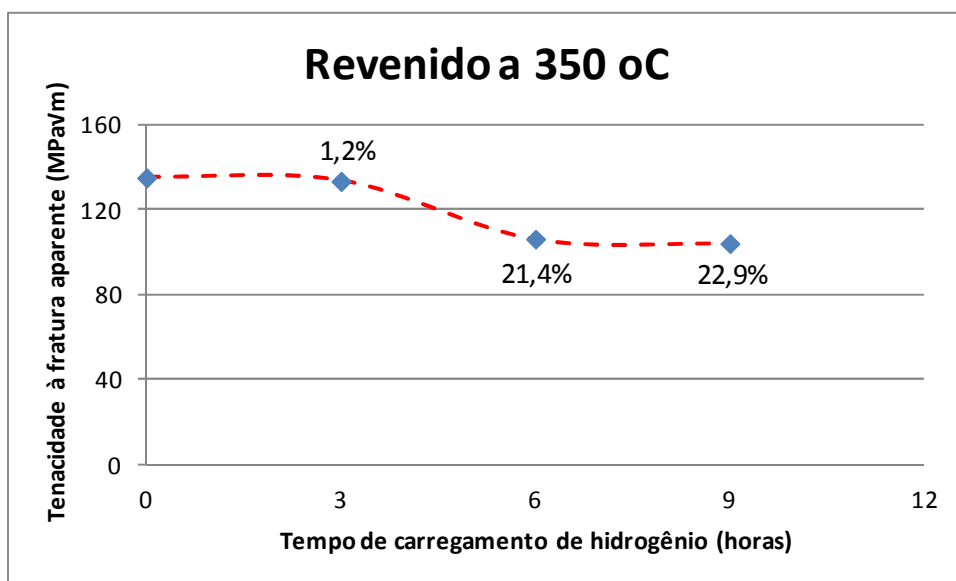


Figura 4.17: Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (Convencional revenido a 350 °C)

Nota-se do gráfico que o tempo de carregamento de 3 horas causou uma redução de apenas 1,2% na tenacidade à fratura aparente do aço, não sendo uma variação expressiva e mostrando da mesma forma que visto para o aço revenido a 400 °C que este tempo não é suficiente para causar a fragilização do mesmo.

Do gráfico também se verifica que as amostras que passaram por este tratamento térmico foram as que apresentaram as maiores variações na tenacidade à fratura aparente para os casos de hidrogenação por 6 horas e 9 horas, que mostraram reduções médias de 21,4% e 22,9%, respectivamente, que do ponto de vista de engenharia são reduções bastante acentuadas. Isto pode

ser explicado pela dureza resultante do tratamento térmico, que foi de 47 HRC, que torna o aço bastante duro e susceptível à fragilização.

Neste caso também nota-se que não há grande mudança nos valores de tenacidade à fratura aparente para os tempos de carregamento de 6 e 9 horas, mostrando que, da mesma forma que no caso do revenimento a 400 °C, 6 horas de carregamento de hidrogênio já foi suficiente para saturar a estrutura do aço.

4.4.1.4 Comparação entre os resultados do aço AISI 4340 convencional

Ao condensar os dados dos gráficos das figuras 4.15, 4.16 e 4.17 os mesmos podem ser observados na figura 4.18.

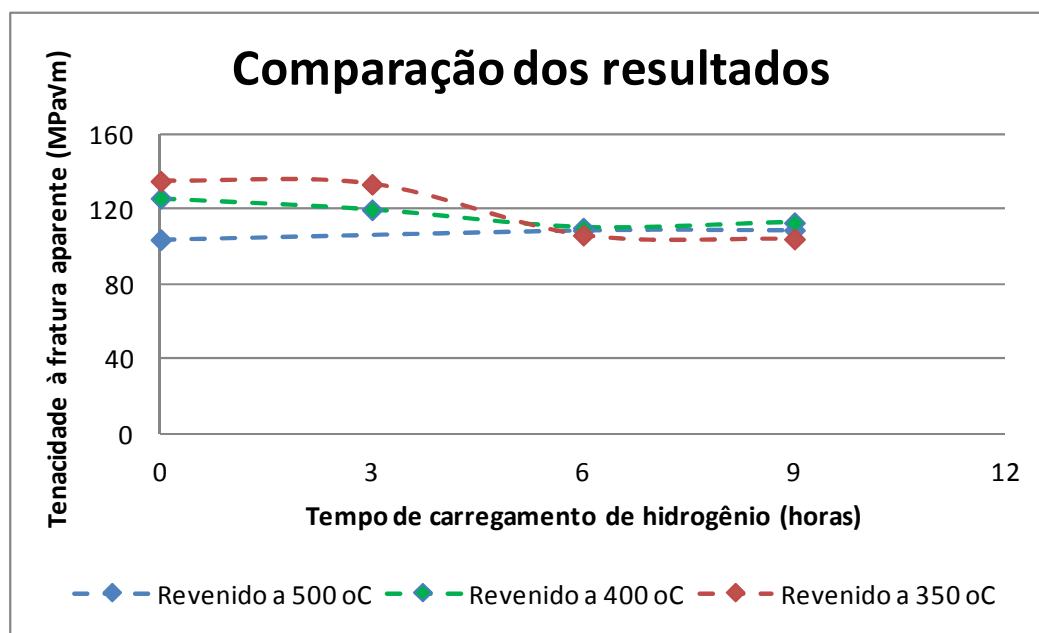


Figura 4.18: Comparação entre os resultados de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional

Ao realizar a comparação dos resultados para cada condição de revenimento, nota-se uma tendência a se aproximarem os valores de tenacidade à fratura aparente entre eles, porém para

identificar se esta tendência se mantém ou não seria necessário realizar ensaios com uma maior quantidade de parâmetros de tempo.

É importante ressaltar que apesar dos resultados das figuras 4.16 e 4.17 mostrarem saturação de hidrogênio na estrutura em tempos próximos a 6 horas, se estas amostras ficassem tempos excessivamente longos de carregamento, como semanas ou meses, muito provavelmente estas amostras trincariam sem a aplicação de nenhuma carga externa, devido ao fato do hidrogênio retido nuclear trincas a partir de aprisionadores por toda a estrutura do aço, e a partir destas trincas nucleadas, ceder espaço para o acúmulo de mais hidrogênio nestas trincas e assim formar um ciclo de propagação de trinca e acúmulo de hidrogênio até a falha da amostra.

4.4.2 Aço AISI 4340 VAR

Devido ao fato dos resultados obtidos do aço AISI convencional com tempos de carregamento de hidrogênio de 3 horas não apresentarem variações expressivas em relação ao não hidrogenado, optou-se por não realizar ensaios com este tempo no aço AISI 4340 VAR, focando-se apenas nas condições sem carregamento de hidrogênio e com carregamentos de 6 e 9 horas.

Outra diferença em relação aos ensaios realizados anteriormente foi a realização da pré-trinca de fadiga em todos os ensaios realizados nos corpos-de-prova temperados e revenidos a 350 °C ao invés do entalhe por eletroerosão a fio, visando aumentar a triaxialidade de tensão na ponta da trinca, e por consequência, obter resultados mais próximos aos reais valores de tenacidade à fratura para esta condição de revenimento.

Os resultados destes ensaios são resumidos nas tabelas 4.4 e 4.5, em que também são mostradas as durezas resultantes de cada tratamento térmico e também as variações em porcentagem das amostras hidrogenadas em relação às não hidrogenadas.

Tabela 4.4: Resumo dos ensaios de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR – Eletroerosão a fio

Temperatura de revenido	500 °C			400 °C		
Dureza Rockwell C (HRC)	42			45		
Condição de hidrogenação	Não hidrogenado	6 horas	9 horas	Não hidrogenado	6 horas	9 horas
Tenacidade à fratura aparente (MPa√m)	112,5	108,2	118,5	123,8	126,3	120,2
Porcentagem de redução em relação ao não hidrogenado	0,0%	3,8%	-5,3%	0,0%	-2,1%	2,9%

Tabela 4.5: Resumo dos ensaios de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR – Pré-trinca de fadiga

Temperatura de revenido	350 °C		
Dureza Rockwell C (HRC)	46		
Condição de hidrogenação	Não hidrogenado	6 horas	9 horas
Tenacidade à fratura aparente (MPa√m)	89,6	94,4	84,6
Porcentagem de redução em relação ao não hidrogenado	0,0%	-5,3%	5,6%

Da mesma forma como ocorrido com o aço AISI 4340 convencional, o critério 1 de validação dos ensaios (tabela 3.4) não foi alcançado para a condição de revenimento de 500 °C e sem carregamento de hidrogênio, também possivelmente pela menor dureza resultante nestas amostras, levando a maior influência da fratura elasto-plástica. Também foi observado que o critério 2 de validação (tabela 3.4) também não foi atingido em todas as condições de revenimento, inclusive nas amostras em que foi realizada a pré-trinca de fadiga, mostrando novamente que as dimensões dos corpos de prova não foram grandes o suficiente para diminuir os efeitos da fratura elasto-plástica.

Se forem analisadas apenas as durezas referentes a cada tratamento térmico, conclui-se das tabelas que, no caso em que o entalhe por eletroerosão a fio foi substituído pela pré-trinca de fadiga (350 °C), houve uma grande redução nos valores de tenacidade à fratura aparente encontrados, que é resultado da maior triaxialidade de tensões causada pela pré-trinca. Este resultado corrobora a afirmação de que não é possível a substituição da pré-trinca de fadiga por um entalhe por eletroerosão a fio sem alterações significativas nos resultados, por menor que seja

a espessura do fio utilizado. O que poderia ser feito seria iniciar com um entalhe feito por eletroerosão a fio até determinada profundidade e a partir deste início realizar a pré-trinca de fadiga, o que levaria à diminuição do tempo e número de ciclos para a nucleação da pré-trinca.

Enfatizando novamente que o interesse do presente trabalho é avaliar os grupos independentemente, ou seja, cada tratamento térmico, considerando como parâmetro de análise as variações dos tempos de carregamento de hidrogênio, parte-se para o estudo dos efeitos do hidrogênio no aço AISI 4340 VAR em cada condição de revenimento separadamente.

4.4.2.1 Temperado e revenido a 500 °C

A partir dos resultados mostrados na tabela 4.4, é possível levantar a curva da figura 4.19, que da mesma forma como feitas para o aço AISI 4340 convencional mostram a tenacidade à fratura aparente em função do tempo de carregamento de hidrogênio, em que a porcentagem indica a variação deste parâmetro nos hidrogenados em relação aos não hidrogenados.

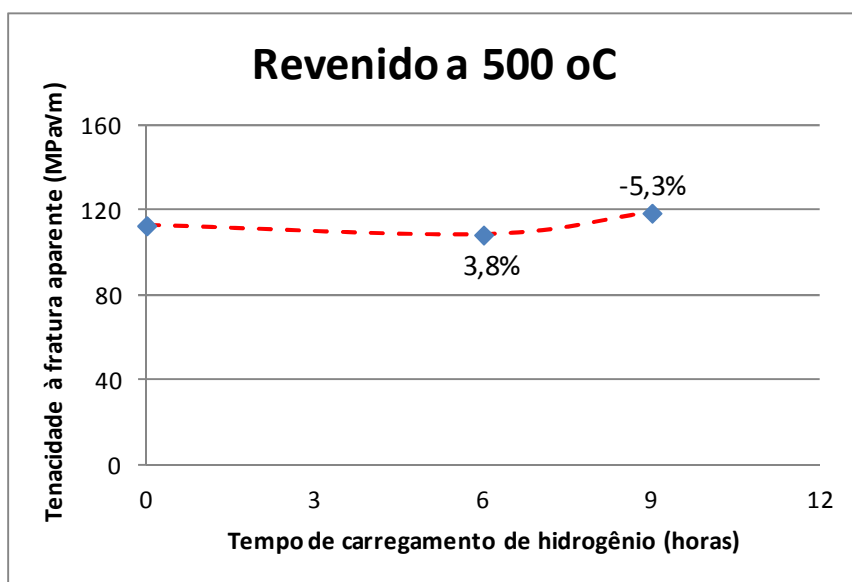


Figura 4.19: Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (VAR revenido a 500 °C)

Nota-se do gráfico que houve uma variação muito pequena na tenacidade à fratura aparente dos corpos-de-prova hidrogenados em relação aos não hidrogenados, sendo uma redução de 3,8% para o caso de carregamento por 6 horas e um aumento de 5,3% para 9 horas. Estes resultados mostram que apesar destas amostras apresentarem uma dureza de 42 HRC, que já se encontra acima do limite de susceptibilidade à fragilização, que é de 40 HRC, esta condição não se mostrou susceptível ao fenômeno. Uma possível explicação para isto é o fato do processo VAR ter sido realizado na liga, aumentando a homogeneidade da microestrutura quando comparada ao aço convencional (figuras 4.2a e 4.6a) e reduzindo a quantidade de microinclusões presentes na sua estrutura (aprisionadores) e como consequência, menos locais preferenciais de acúmulo de hidrogênio, indicando que o fenômeno da fragilização ocorre com mais intensidade quando existe uma quantidade maior de aprisionadores (LEE, 2004, LIU 2008 e NANNINGA, 2009) em detrimento dos mecanismos HELP e HEDE (WANG, 2009).

4.4.2.2 Temperado e revenido a 400 °C

Os resultados para esta temperatura de revenimento encontram-se resumidos na curva da figura 4.20, que foi feita segundo o mesmo procedimento das anteriores.

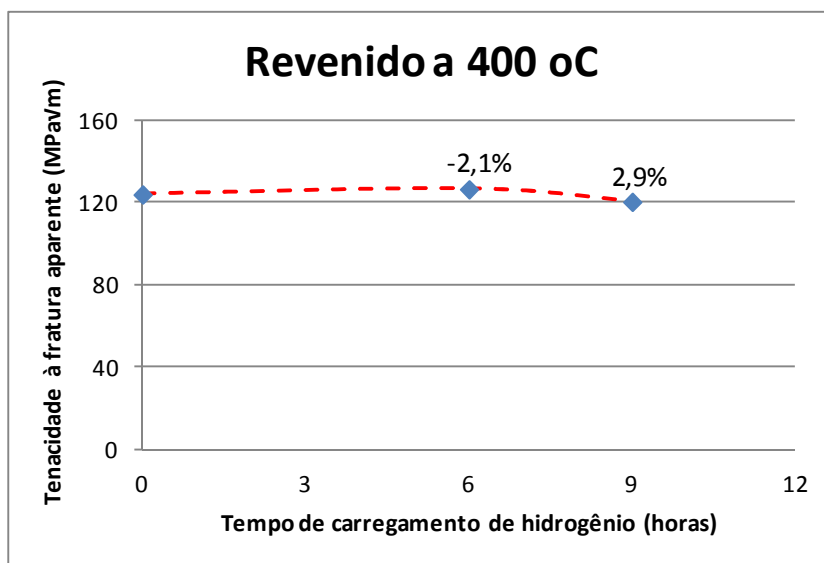


Figura 4.20: Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (VAR revenido a 400 °C)

Nota-se da figura que para esta condição de revenimento também não há grandes variações nas tenacidades à fratura aparentes, consistindo num aumento de 2,1% para o carregamento de 6 horas e uma redução de 2,9% para o carregamento de 9 horas, sendo estas diferenças apenas variações inerentes dos ensaios, levando a concluir que este também não sofreu fragilização.

Neste caso a dureza resultante do tratamento térmico foi de 45 HRC, também acima do limite que causa fragilização neste tipo de aço, e como o mesmo não apresentou mudanças na sua tenacidade à fratura aparente, conclui-se a grande influência das microinclusões como aprisionadores de hidrogênio, que no aço AISI 4340 convencional revenido na mesma temperatura levou à fragilização reduzindo em mais de 10% a tenacidade à fratura aparente, enquanto que no VAR, devido à sua pequena quantidade de microinclusões e maior homogeneidade da microestrutura, não causou nenhuma fragilização.

4.4.2.3 Temperado e revenido a 350 °C

Por fim, como esta condição foi a única diferente em relação às outras, ou seja, foi realizada a pré- trinca de fadiga ao invés do entalhe por eletroerosão a fio, é importante ressaltar alguns parâmetros utilizados para a obtenção das pré-trincas de fadiga, que de acordo com as normas ASTM E399 – 09 e ASTM 1820 – 08a foram:

- Carregamento cíclico com razão de carga (Carga mínima/Carga máxima) $R = 0,1$;
- Estimativa inicial de carga máxima calculada de 2100 N, sendo reduzida após um ensaio inicial para 1900 N;

Com a utilização destes parâmetros, a faixa de ciclos média para a obtenção de pré-trincas com 1,5 mm de comprimento foi entre 10^4 e 2×10^4 ciclos.

A partir destas informações, dos dados da tabela 4.5 levanta-se a curva da figura 4.21, que mostra valores menores que os encontrados para as outras condições de revenimento devido à pré-trinca de fadiga.

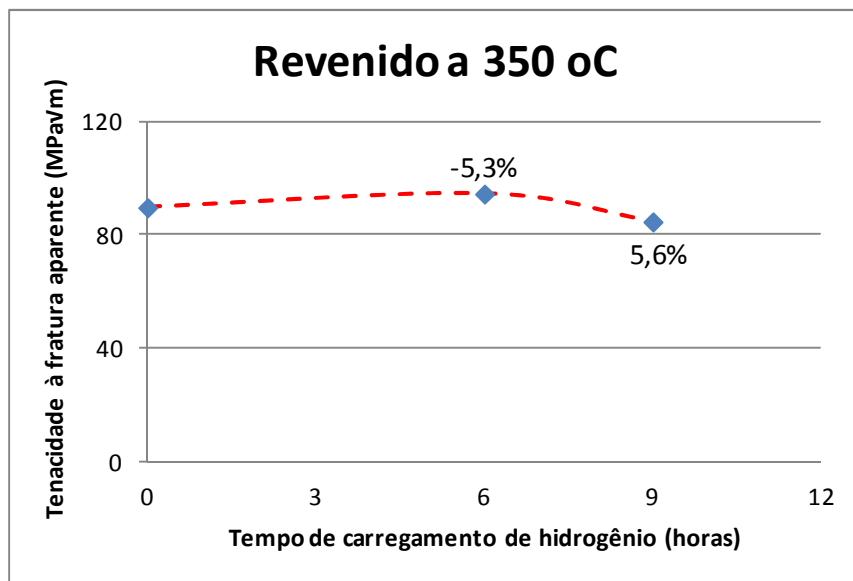


Figura 4.21: Tenacidade à fratura aparente em função do tempo de hidrogenação (VAR revenido a 350 °C)

Nesta curva é possível observar que mesmo para esta temperatura de revenimento, que é a condição mais severa das três abordadas, também não ocorre grandes variações nas tenacidades à fratura aparentes dos corpos-de-prova hidrogenados em relação aos não hidrogenados, consistindo num aumento de 5,3% nos os hidrogenados por 6 horas e uma redução de 5,6% nos hidrogenados por 9 horas. Apesar da dureza média ter sido de 46 HRC, que se encontra bem acima do limite de fragilização por hidrogênio, o mesmo também não se mostrou fragilizado, possivelmente pela menor quantidade de microinclusões e maior homogeneidade da microestrutura resultante do refino VAR, enquanto que o aço AISI 4340 convencional revenido à mesma temperatura, devido à sua maior quantidade de microinclusões, apresentou reduções da ordem de 20% na tenacidade à fratura aparente para os mesmos tempos de carregamento, reforçando o controle da fragilização por hidrogênio pelos aprisionadores neste tipo de aço.

4.4.2.4 Comparação entre os resultados do aço AISI 4340 VAR

Plotando os resultados de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR em todas as condições de revenimento num mesmo gráfico obtém-se a figura 4.22.

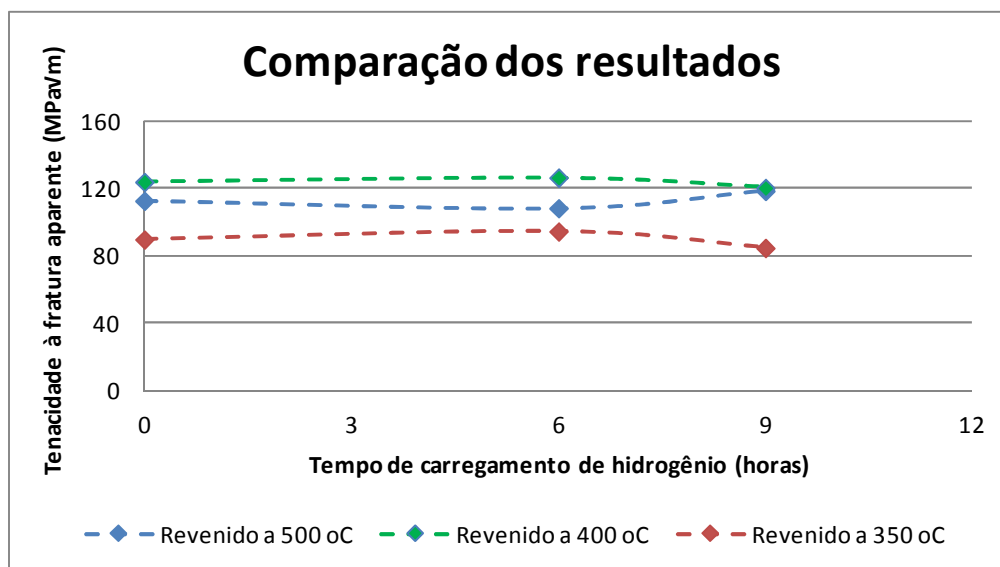


Figura 4.22: Comparação entre os resultados de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 VAR

Quando comparados os resultados referentes a todas as condições de carregamento de hidrogênio e de revenimento, não é possível observar nenhuma tendência, apenas constata-se que no caso do revenimento a 350 °C, em que foi realizada a pré-trinca de fadiga, os valores foram menores do que os obtidos com o entalhe por eletroerosão a fio, conforme já explicado.

Da mesma forma como observado no aço AISI 4340 convencional, se os corpos-de-prova do aço AISI 4340 VAR fossem submetidos a carregamentos de hidrogênio por longos períodos de tempo, tais como semanas ou meses, os mesmos também trincariam sem aplicação de cargas externas pelos mesmos motivos apontados na seção 4.4.1.4, porém devido às melhores propriedades observadas no aço VAR em relação ao convencional, tais como maior homogeneidade da microestrutura e menor quantidade de microinclusões, o mesmo levaria mais tempo para falhar, ou seja, suportaria melhor os efeitos do hidrogênio, em relação ao aço convencional.

4.5 Fractografias dos corpos-de-prova ensaiados

De maneira a correlacionar os valores de tenacidade à fratura aparente encontrados com o mecanismo de fratura, as superfícies de fratura foram observadas e os resultados se encontram na

sequência. A região de interesse para a tomada das fractografias é a região mais próxima do entalhe, pois é nesta região que ocorre uma maior concentração de tensões e que a fratura é resultado da fragilização por hidrogênio, como mostrado na figura 4.23.

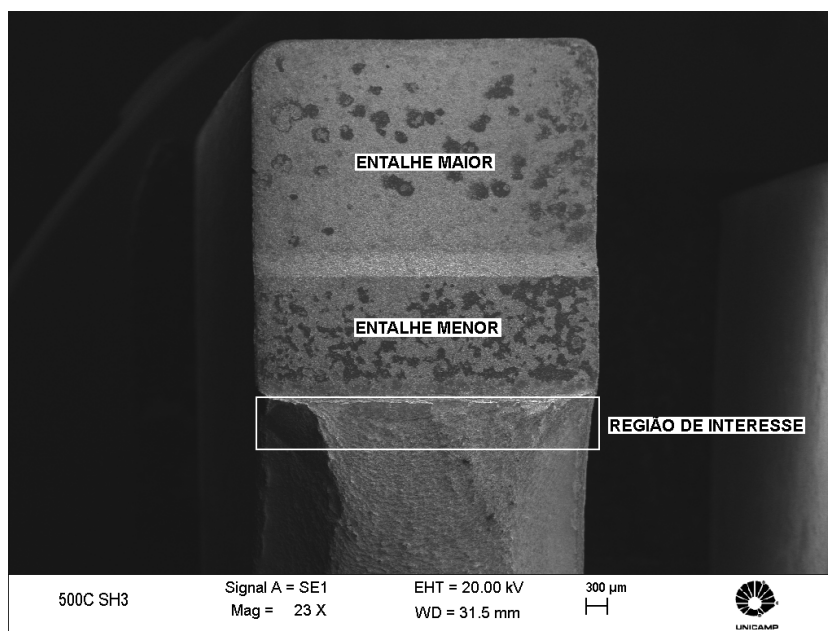


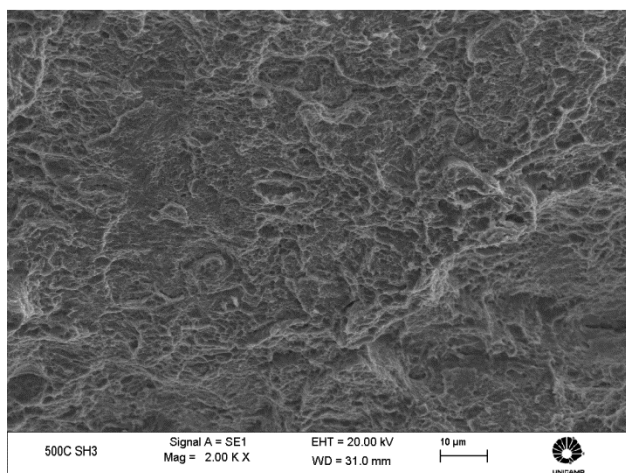
Figura 4.23: Região de interesse para a realização das fractografias

4.5.1 Aço AISI 4340 convencional

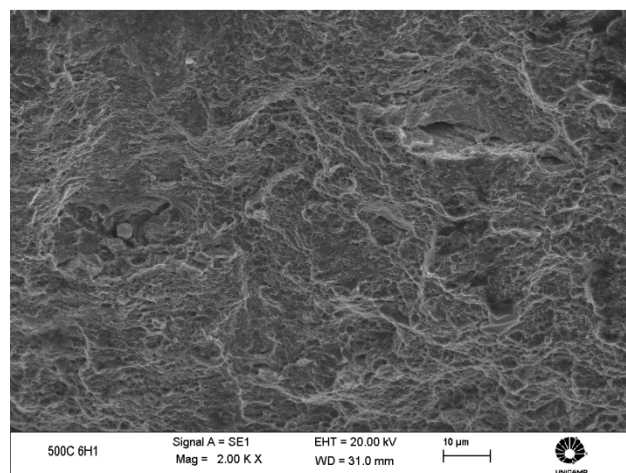
Da mesma forma como foi feito na seção 4.4, os resultados estão dispostos primeiramente para o aço AISI 4340 convencional e depois para o VAR, sendo também separados por temperatura de revenimento, como é mostrado na sequência.

4.5.1.1 Temperado e revenido a 500 °C

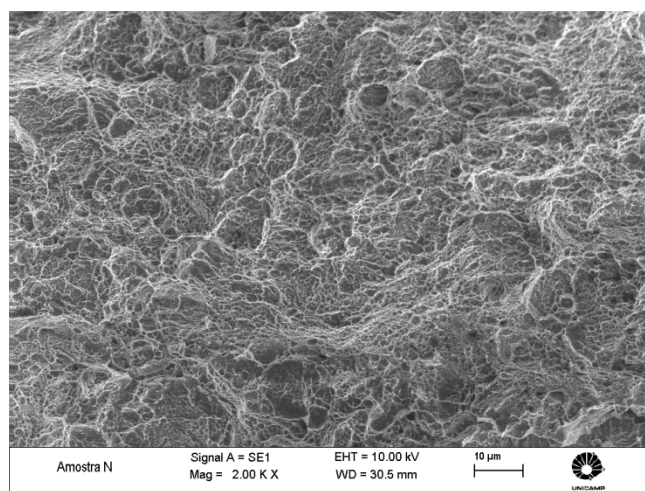
As superfícies de fratura dos corpos-de-prova não hidrogenados e hidrogenados por 6 e 9 horas estão mostradas nas figuras 4.24a, 4.24b e 4.24c respectivamente.



a) Sem hidrogenação



b) 6 horas de hidrogenação



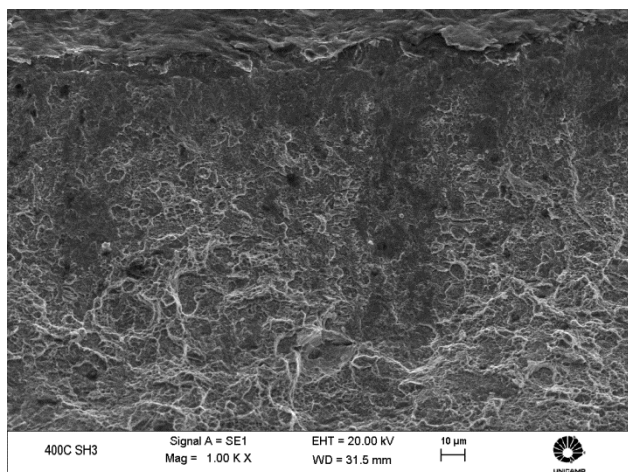
c) 9 horas de hidrogenação

Figura 4.24: Fractografias do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C

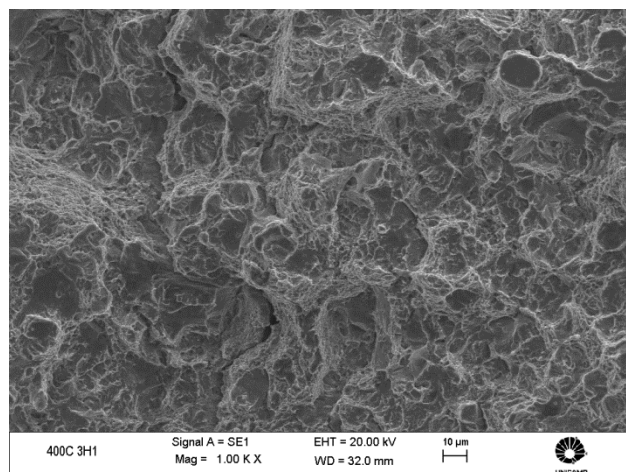
A partir da figura é possível observar que todos os casos resultaram numa fratura do tipo alveolar (dimples), ou seja, as hidrogenações por 6 e 9 horas não causaram nenhum efeito negativo na estrutura cristalina do aço. Esta superfície de fratura indica uma concordância com o resultado da dureza, que apresentou um valor de 39 HRC, abaixo do limite necessário para causar a fragilização, e do ensaio de tenacidade à fratura aparente, que não mostrou alterações significativas, sendo que os três ensaios (dureza, tenacidade à fratura aparente e fractografia) complementam-se entre si.

4.5.1.2 Temperado e revenido a 400 °C

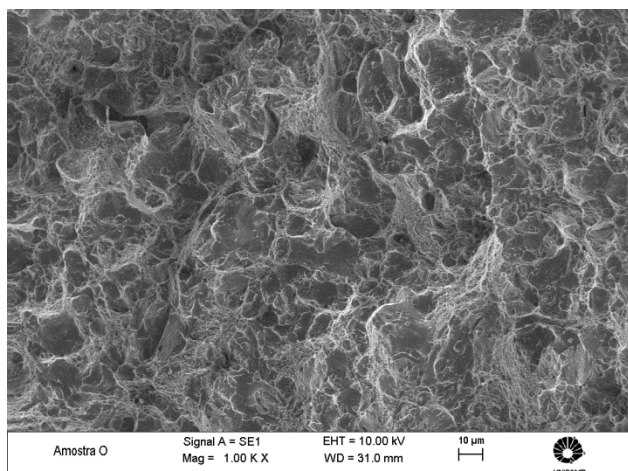
Os resultados das superfícies de fratura dos corpos-de-prova para esta condição de revenimento são mostrados nas figuras 4.25a, 4.25b, 4.25c e 4.25d.



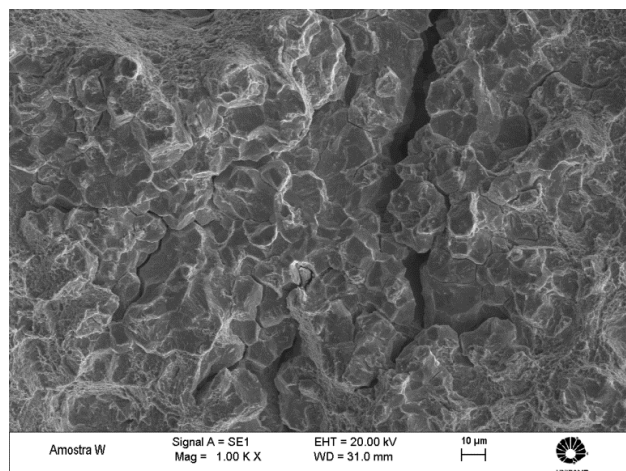
a) Sem hidrogenação



b) 3 horas de hidrogenação



c) 6 horas de hidrogenação



d) 9 horas de hidrogenação

Figura 4.25: Fractografias do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 400 °C

É possível observar pelas figuras que para esta temperatura de revenimento já é possível observar mudanças na superfície de fratura dos corpos-de-prova hidrogenados. Para o caso sem carregamento de hidrogênio, a superfície de fratura observada é predominantemente alveolar. Já para o caso de hidrogenação por 3 horas, apesar de não ter ocorrido uma grande variação no valor

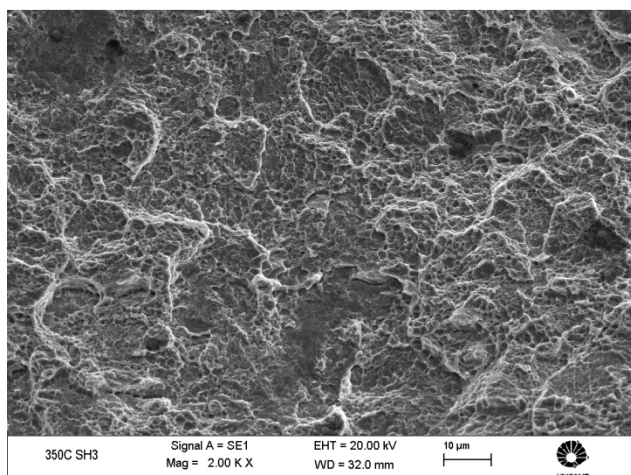
da tenacidade à fratura, é possível observar na superfície de fratura que há um início de surgimento de uma superfície de fratura intergranular numa “matriz” alveolar, com a observação do início do surgimento de trincas secundárias. Com o aumento dos tempos de hidrogenação para 6 e 9 horas, ocorre um aumento da superfície de fratura intergranular em detrimento da alveolar, indicando que houve uma maior fragilização nestes casos. Além disso, observa-se um aumento na quantidade de trincas secundárias e em forma de Y, reforçando a afirmação da fragilização pelo hidrogênio, pois estas trincas se formam em pontos tríplexes, ou seja, pontos de alta triaxialidade de tensões, que são regiões preferenciais para a precipitação do hidrogênio.

Nota-se também uma concordância entre os resultados obtidos do ensaio de dureza, que por ser um aço de dureza mais elevada (45 HRC) torna-se bastante susceptível ao fenômeno, e de tenacidade à fratura aparente, que apresentaram reduções da ordem de 10% nos aços hidrogenados por 6 e 9 horas em relação ao não hidrogenado.

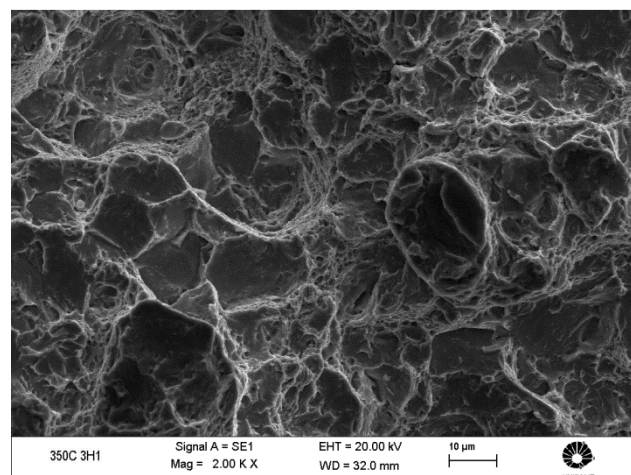
Comparando os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura aparente e as fractografias dos corpos-de-prova ensaiados, é possível concluir a predominância da fragilização por hidrogênio devido às microinclusões (aprisionadores) neste tipo de aço, que de acordo com Lee (2004), Liu (2008) e Nanninga, (2009), normalmente se acumulam próximos aos contornos de grão e levam a fraturas intergranulares, não havendo nenhuma ocorrência de fratura por clivagem, característica do mecanismo HEDE, nem de alveolar (nos casos dos corpos-de-prova hidrogenados) característica do mecanismo HELP, como explica Wang (2009).

4.5.1.3 Temperado e revenido a 350 °C

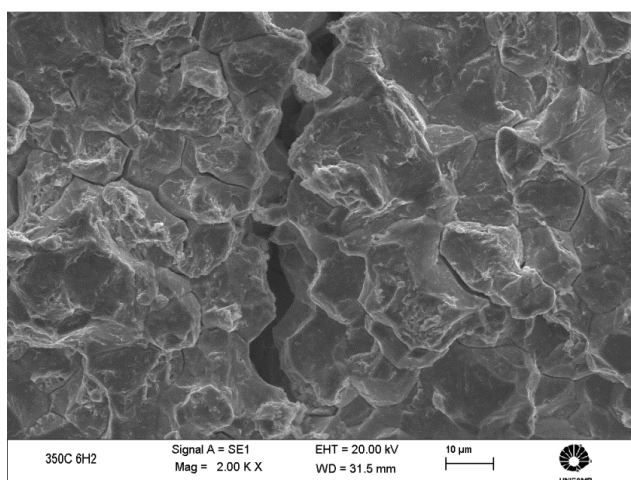
Concluindo a análise do aço AISI 4340 convencional, nas figuras 4.26a, 4.26b, 4.26c e 4.26d encontram-se as superfícies de fratura referentes à temperatura de revenimento de 350 °C.



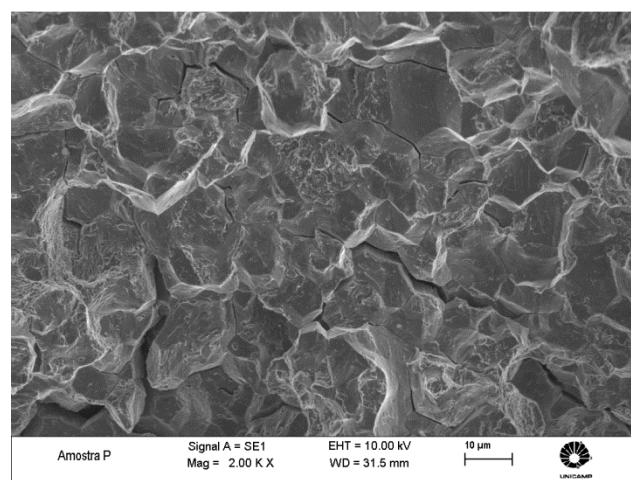
a) Sem hidrogenação



b) 3 horas de hidrogenação



c) 6 horas de hidrogenação



d) 9 horas de hidrogenação

Figura 4.26: Fractografias do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 350 °C

Observando as fractografias, conclui-se que este foi o caso em que ocorreu a maior alteração da superfície de fratura do aço não hidrogenado para os hidrogenados. Nota-se no aço não hidrogenado que a superfície de fratura foi quase que predominantemente alveolar. Já no caso de hidrogenação por 3 horas, apesar de não apresentar grandes alterações na tenacidade à fratura aparente, ocorre o início da transição da fratura alveolar para intergranular, indicando um início de fragilização e por fim as hidrogenações por 6 e 9 horas mostram uma fratura totalmente intergranular, com o aparecimento de trincas secundárias e em forma de Y, reafirmando as reduções da ordem de 20% no valor da tenacidade à fratura aparente do mesmo, indicando um alto grau de fragilização.

Da mesma forma que nos casos de revenimentos a 500 e 400 °C, no caso do revenimento a 350 °C existe uma concordância entre o valor de dureza, que foi de 47 HRC, indicando alta susceptibilidade ao fenômeno, e de tenacidade à fratura aparente encontrados.

Nota-se também que, da mesma forma como ocorreu com o aço revenido a 400 °C, existe a predominância da fragilização devido aos aprisionadores, levando à fraturas intergranulares nos aços fragilizados, não ocorrendo em nenhuma das amostras hidrogenadas os mecanismos HELP (alveolar) e HEDE (clivagem), estando os resultados de acordo com Lee (2004), Liu (2008) e Nanninga, (2009).

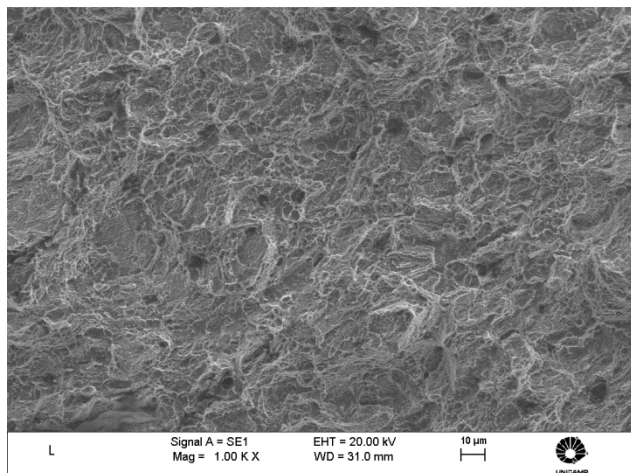
Por fim, é possível observar que todos os corpos-de-prova que não foram carregados com hidrogênio apresentaram fratura predominantemente alveolar, não havendo sinais de fratura intergranular que poderia ser resultado da quantidade de impurezas presentes na liga. Isto leva a concluir que o nível destas impurezas, tais como fósforo, enxofre, estanho, antimônio, entre outras, são extremamente baixos, como confirmado pela tabela 3.1, não levando a fragilização devido a estas impurezas, que também são as grandes responsáveis pela fragilização da martensita revenida. Logo, a superfície de fratura observada nas condições de carregamento de hidrogênio nos casos dos revenimentos a 400 °C e 350 °C, que foram intergranulares com presença de trinca secundárias e em forma de Y, mostram a influência exclusiva e a alta severidade do hidrogênio na fragilização em detrimento à fragilização devido às impurezas e à fragilização da martensita revenida.

4.5.2 Aço AISI 4340 VAR

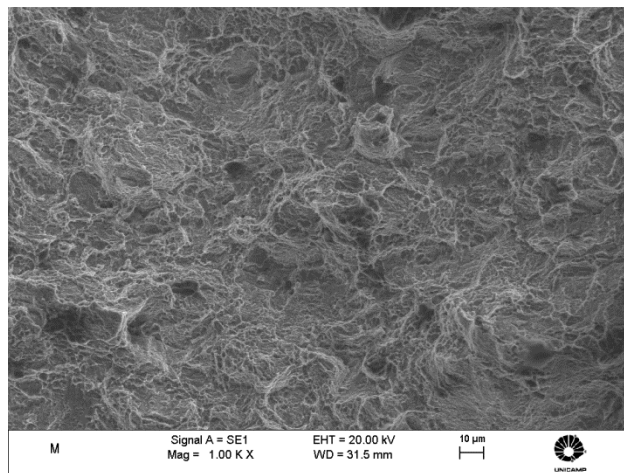
Da mesma forma como procedido com o aço AISI 4340 convencional, os resultados das superfícies de fratura do aço AISI 4340 VAR estão dispostos separadamente para cada temperatura de revenimento, conforme pode ser visto na sequência.

4.5.2.1 Temperado e revenido a 500 °C

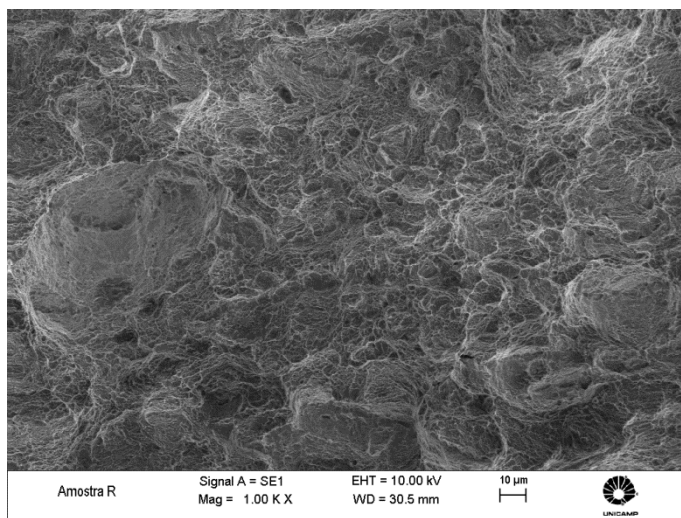
As superfícies de fratura referentes à temperatura de revenimento de 500 °C podem ser observadas nas figuras 4.27a, 4.27b e 4.27c.



a) Sem hidrogenação



b) 6 horas de hidrogenação



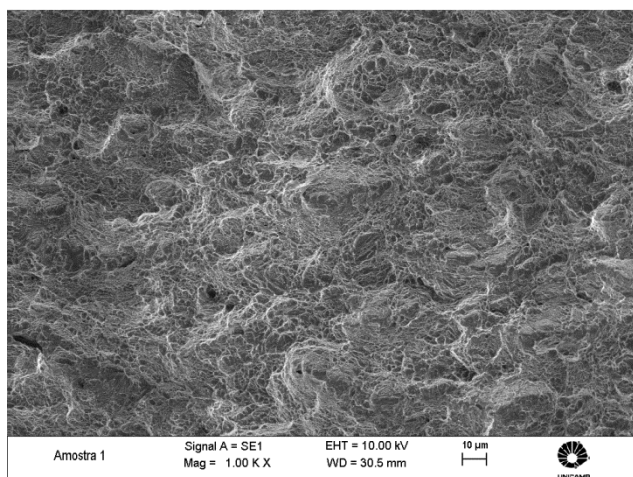
c) 9 horas de hidrogenação

Figura 4.27: Fractografias do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 500 °C

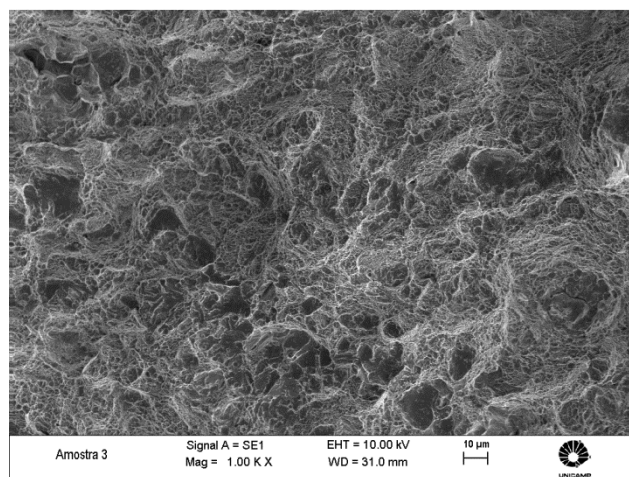
Verifica-se das fractografias que o micromecanismo de fratura predominante foi alveolar independente da condição de carregamento de hidrogênio. Apenas para o caso de carregamento de hidrogênio por 9 horas é possível constatar um suave início do micromecanismo de fratura de alveolar para intergranular, sendo possível observar alguns poucos contornos de grão. Apesar desta condição ter apresentado uma dureza média de 42 HRC, que se encontra acima do limite que causa fragilização por hidrogênio, é provável que a redução da quantidade de impurezas promovida pelo processo VAR tenha influenciado na fragilização, tornando esta condição de revenimento não susceptível ao fenômeno, estando também de acordo com os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura aparente, que não apresentaram alterações significativas nos corpos-de-prova carregados com hidrogênio em relação aos não hidrogenados.

4.5.2.2 Temperado e revenido a 400 °C

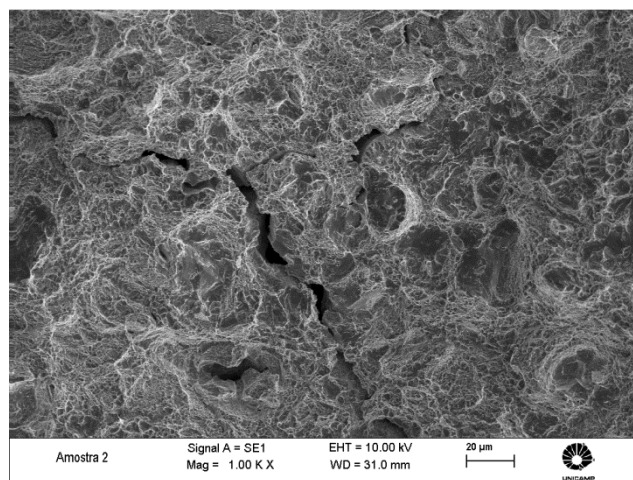
As imagens das superfícies de fratura referentes aos corpos-de-prova revenidos a esta temperatura são mostradas nas figuras 4.28a, 4.28b e 4.28c a seguir.



a) Sem hidrogenação



b) 6 horas de hidrogenação



c) 9 horas de hidrogenação

Figura 4.28: Fractografias do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 400 °C

Das figuras é possível notar que os corpos-de-prova que não sofreram carregamento de hidrogênio resultaram numa fratura totalmente alveolar enquanto que os hidrogenados por 6 e 9 horas já começam a dar mostras, embora quase irrelevantes, de alveolar para intergranular, com o surgimento de trincas secundárias no caso do hidrogenado por 9 horas. Este resultado mostra que apesar dos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura aparente não terem apresentado quase nenhuma variação (menores que 5%), a presença do hidrogênio na estrutura cristalina destas amostras começa a dar sinais de mudança no micromecanismo de fratura.

Outro ponto relevante da análise é que apesar da dureza destas amostras terem apresentado uma dureza média idêntica à do aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C, que foi de 45 HRC, ou seja, acima do limite que causa a fragilização por hidrogênio, a despeito do que ocorreu

com o convencional, o qual apresentou reduções na sua tenacidade à fratura aparente acima de 10% dos carregados com hidrogênio em relação aos não hidrogenados, o aço AISI 4340 VAR se mostrou pouco susceptível ao fenômeno da fragilização. A explicação para isto também reside no fato do processo VAR ter diminuído a quantidade de microinclusões presentes na estrutura cristalina do aço, reduzindo a quantidade de locais preferenciais ao acúmulo de hidrogênio e anulando seus efeitos negativos.

4.5.2.3 Temperado e revenido a 350 °C

Fechando a análise, para esta condição de revenimento em que foi feita a pré-trinca de fadiga, é importante mostrar o exemplo de uma foto indicando as regiões do entalhe por eletroerosão a fio, da pré-trinca de fadiga e da fratura final, que é a parte de interesse na análise da superfície de fratura, juntamente com a medição do comprimento total do entalhe e da pré-trinca de fadiga, que foi de 4,985 mm, como é possível observar na figura 4.29.

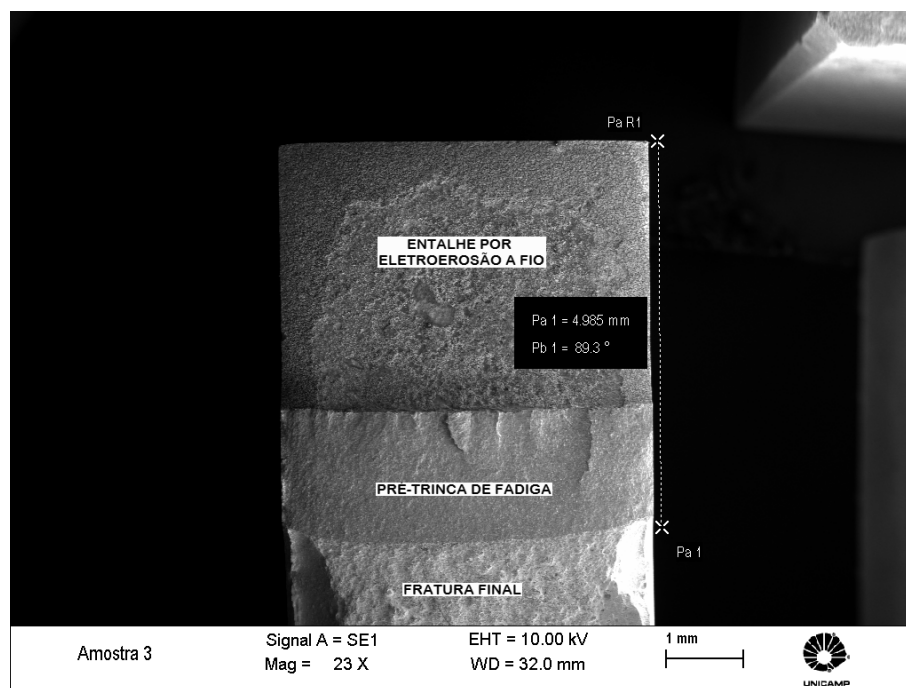


Figura 4.29: Regiões do entalhe por eletroerosão a fio, da pré-trinca de fadiga e da fratura final do aço AISI 4340 VAR revenido a 350 °C

Um exemplo de fractografia de uma superfície de fratura referente à pré-trinca de fadiga é mostrada na figura 4.30.

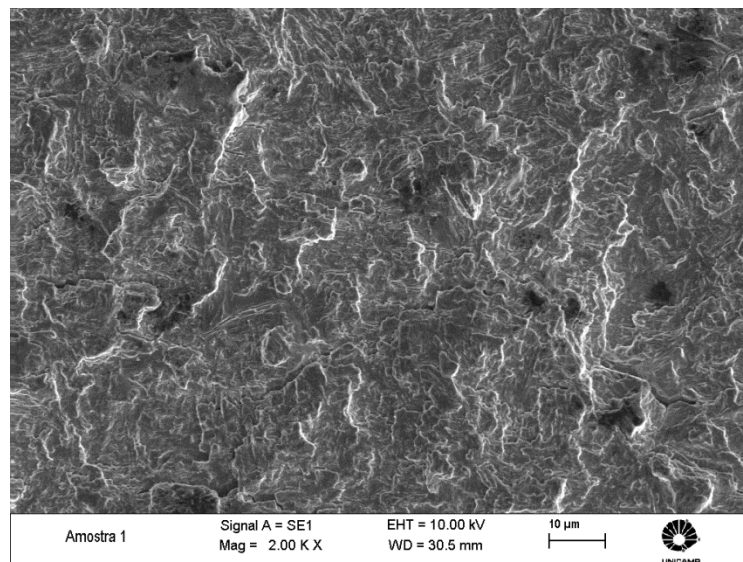
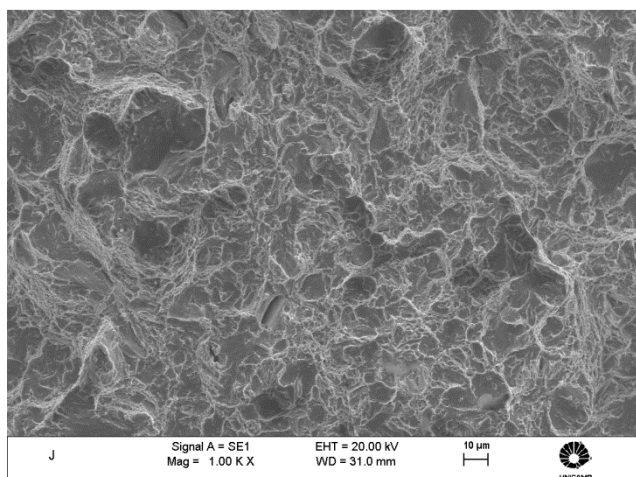
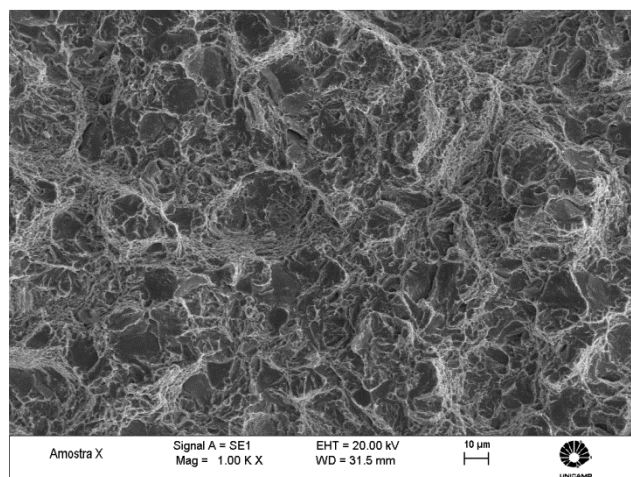


Figura 4.30: Fractografia da superfície de fratura da pré-trinca de fadiga

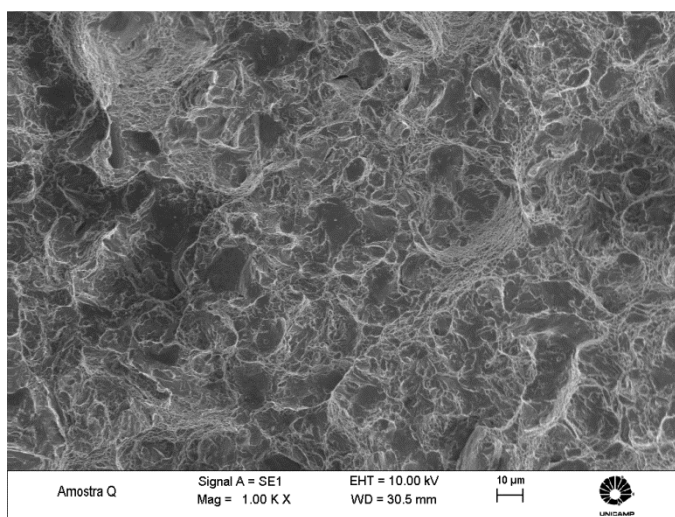
As superfícies de fratura resultantes dos ensaios de tenacidade à fratura aparente para esta condição de revenimento podem ser vistas nas figuras 4.31a, 4.31b e 4.31c.



a) Sem hidrogenação



b) 6 horas de hidrogenação



c) 9 horas de hidrogenação

Figura 4.31: Fractografias do aço AISI 4340 VAR temperado e revenido a 350 °C

Analisando as imagens, conclui-se que não houve uma alteração no micromecanismo de fratura, que foi uma mistura de alveolar e intergranular em todos os casos, independentemente da condição de carregamento de hidrogênio. Este resultado mostra uma grande diferença entre o aço AISI 4340 convencional e o VAR sujeitos a esta temperatura de revenimento, pois no convencional houve uma grande redução na tenacidade à fratura aparente, acima de 20% dos hidrogenados em relação aos não hidrogenados, enquanto que no VAR esta variação foi muito pequena, da ordem de apenas 5% (aumento para 6 horas de hidrogenação e redução para 9 horas), que não pode ser considerada expressiva, embora tenha havido diferença na obtenção da pré-trinca, que foi de fadiga ao invés de eletroerosão a fio. Esta diferença entre os dois aços indica

mais uma vez a forte influência que o processo VAR tem na fragilização por hidrogênio neste aço, reduzindo bruscamente os efeitos negativos do fenômeno devido à menor quantidade de aprisionadores de hidrogênio na estrutura cristalina do aço.

Por fim, quando comparado ao aço AISI 4340 convencional, as superfícies de fratura do aço AISI 4340 VAR em todas as condições de revenimento e carregamentos de hidrogênio mostraram uma quantidade muito maior de fratura alveolar em detrimento da intergranular, que pode ser explicado pela presença ainda menor de impurezas na sua estrutura, tais como o fósforo e o enxofre, como observado na tabela 3.1. Este fato também explica a menor quantidade de ocorrência de trincas secundárias e em forma de Y, que como já explicado anteriormente, são pontos de alta triaxialidade de tensões e preferenciais ao acúmulo de hidrogênio, que pelo fato da menor quantidade de microinclusões e impurezas presentes no aço VAR, tornam esta liga muito mais resistente ao fenômeno da fragilização por hidrogênio que a liga convencional.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

5.1 Conclusões

Após a análise dos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura aparente juntamente com os ensaios de dureza e as fractografias das superfícies de fratura para todas as condições utilizadas neste trabalho é possível chegar às seguintes conclusões:

1. A realização de uma pré-trinca de fadiga em ensaios de tenacidade à fratura não pode ser substituída por um entalhe por eletroerosão a fio, por menor que seja este fio, sem que haja alterações significativas nos resultados obtidos nos ensaios, devido ao fato do entalhe não proporcionar a triaxialidade de tensões necessárias na ponta da trinca, fator de fundamental importância na mecânica da fratura;
2. A dureza de 40 HRC é o limite mínimo necessário para que haja susceptibilidade do aço AISI 4340 à fragilização por hidrogênio, sendo que para valores menores que este, como foi o caso do aço AISI 4340 convencional temperado e revenido a 500 °C, o qual apresentou dureza de 39 HRC, não sofreu nenhuma fragilização após carregado com hidrogênio por 6 e 9 horas, não havendo alterações expressivas em seus valores de tenacidade à fratura aparente nem na sua superfície de fratura, que se manteve alveolar independente da condição de carregamento de hidrogênio;
3. O aço AISI 4340 convencional temperado e revenido 400 °C, cuja dureza medida foi de 45 HRC, apresentou um alto grau de fragilização, mostrando reduções maiores de 10% em seus valores de tenacidade à fratura aparente para as condições de carregamento de hidrogênio de 6 e 9 horas, com uma mudança do micromecanismo de fratura de predominantemente alveolar para quase predominantemente intergranular, com o surgimento de trincas secundárias e em forma de Y;

4. O aço AISI 4340 convencional na condição temperado e revenido a 350 °C, cuja dureza foi de 47 HRC, foi o que mostrou maior susceptibilidade ao fenômeno da fragilização por hidrogênio, resultando em reduções nos valores de tenacidade à fratura aparente maiores que 20% para os carregamentos por 6 e 9 horas, havendo uma mudança do micromecanismo de fratura de predominantemente alveolar para predominantemente intergranular, também com o aparecimento de trincas secundárias e em forma de Y;
5. Para os parâmetros utilizados nos carregamentos de hidrogênio, que foram contaminação em solução de H₂SO₄ 0,01M com aplicação de densidade de corrente de 10 mA/cm², o tempo de carregamento de 3 horas não foi suficiente para causar reduções significativas nos valores de tenacidade à fratura aparente, enquanto que o tempo de 6 horas de carregamento já foi suficiente para fragilizar as estruturas dos aços convencionais temperados a 400 e 350 °C, sendo também um tempo próximo ao de saturação do mesmo na rede cristalina desta liga, pois o aumento do tempo de carregamento para 9 horas não apresentou muita variação nas tenacidades à fratura aparentes em relação ao de 6 horas;
6. Os aços AISI 4340 VAR temperados e revenidos a 500 °C, 400 °C e 350 °C não se mostraram susceptíveis ao fenômeno da fragilização por hidrogênio apesar de todos eles apresentarem durezas maiores que o limite mínimo de susceptibilidade, sendo de 42, 45 e 46 HRC respectivamente, não ocorrendo variações expressivas nos valores de tenacidade à fratura aparente nem nos micromecanismos de fratura dos mesmos, mantendo-se alveolar para todas condições de carregamento de hidrogênio do revenido a 500 °C, uma leve mudança de alveolar para intergranular para o revenido a 400 °C e uma mistura de alveolar e intergranular em todas as condições no revenido a 350 °C;
7. A presença de inclusões e segundas fases, que funcionam como aprisionadores de hidrogênio e normalmente se acumulam próximos aos contornos de grão são determinantes no mecanismo de fragilização por hidrogênio do aço AISI 4340, pois como foi visto, houve uma grande fragilização nos aços convencionais temperados e revenidos a 400 °C e 350 °C, que possuem grandes quantidades de microinclusões,

levando-os à fratura intergranular após carregamento de hidrogênio, enquanto que nos aços que passaram pelo processo VAR apenas foi possível observar leves alterações nos mecanismos de fratura, indicando um baixo nível de fragilização, provavelmente devido ao processo VAR reduzir drasticamente a quantidade de microinclusões da liga, reduzindo os locais preferenciais para o acúmulo de hidrogênio e consequentemente suprimindo a fragilização nestes aços;

8. O aço AISI 4340 fabricado pelo processo VAR mostrou-se superior ao convencional no quesito resistência à fragilização por hidrogênio, como visto anteriormente, levando a concluir que o mesmo deve ser escolhido em situações em que haverá a possibilidade de contaminação por hidrogênio.

5.2 Sugestões para próximos trabalhos

A partir dos experimentos concretizados, dos resultados obtidos e do estudo bibliográfico realizado, abrem-se possibilidades para os seguintes estudos futuros:

1. Devido aos resultados de tenacidade à fratura não serem valores efetivos por consequência das alterações dos parâmetros de ensaio, propõem-se melhorar estes parâmetros para que os resultados obtidos sejam mais o próximo possível da tenacidade à fratura efetiva do material fragilizado;
2. Como os entalhes foram feitos por eletroerosão a fio, que envolve a microfusão do material, ou seja, existe a utilização de alta temperatura, pode-se fazer um trabalho buscando avaliar se este processo tem algum efeito contaminante, ou seja, de acúmulo de hidrogênio na ponta do entalhe devido a esta alta temperatura, podendo causar a fragilização do aço;

3. Pode-se realizar uma abordagem semelhante à deste trabalho para o estudo do tema em outras ligas susceptíveis, que são muitas, visando avaliar se os efeitos do hidrogênio nestas ligas são semelhantes aos que ocorrem no aço AISI 4340 ou se apresentam muitas variações;
4. Avaliar o efeito de camadas protetivas, tais como galvanização por imersão a quente, metalização por aspersão térmica, eletrodeposição, entre várias outras, de forma a observar se alguma resulta num efeito de blindagem na superfície do aço à adsorção e absorção de hidrogênio, podendo ser uma alternativa à proteção do material contra este fenômeno.

Referências Bibliográficas

AMS 6414KK. **Steel, Bars, Forgings and Tubing. 0.80Cr - 1.8Ni - 0.25Mo (0.38 – 0.43C) (SAE 4340). Vacuum Consumable Electrode Remelted.** SAE International Group. Warrendale, 2007.

AMS 6415SS. **Steel, Bars, Forgings and Tubing. 0.80Cr - 1.8Ni - 0.25Mo (0.38 – 0.43C) (SAE 4340).** SAE International Group. Warrendale, 2007.

ASM HANDBOOK. **Failure analysis and prevention.** ASM International Handbook Committee. Vol 11, 2002.

ASM HANDBOOK. **Proprieties and selection – Irons, steels and high performance alloys.** ASM International Handbook Committee. Vol 1. 10th ed. 1993.

ASTM E 140 – 07. **Standard hardness conversion tables for metals relationship among brinell hardness, vickers hardness, rockwell hardness, superficial hardness, knoop hardness, and scleroscope hardness.** ASTM International. West Conshohocken, 2007.

ASTM E 18 – 08b. **Standard test methods for Rockwell hardness of metallic materials.** ASTM International. West Conshohocken, 2009.

ASTM E 1820 – 08a. **Standard test method for measurement of fracture toughness.** ASTM International. West Conshohocken, 2009.

ASTM E 1823 – 09b. **Standard terminology relating to fatigue and fracture testing.** ASTM International. West Conshohocken, 2009.

ASTM E 399 – 09. **Standard test method for linear-elastic plane-strain fracture toughness K_{IC} of metallic materials.** ASTM International. West Conshohocken, 2009.

BERTOCCO, Bruno G. **Adsorção, absorção, dessorção e difusão de hidrogênio nascente no aço AISI 4340.** Dissertação de Mestrado. UNICAMP. Campinas, 2010.

CALLISTER, William D. **Materials science and engineering: an introduction**. John Wiley & Sons, Inc. 7th ed. York, 2007.

CHAPETTI, M. D.; TAGAWA, T.; MIYATA, T. **Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels part I: review and analysis of the mechanism of failure**. Materials Science & Engineering. p. 227-235, 2003.

CHAPETTI, M. D.; TAGAWA, T.; MIYATA, T. **Ultra-long cycle fatigue of high-strength carbon steels part II: estimation of fatigue limit for failure from internal inclusions**. Materials Science & Engineering. p. 236-244, 2003.

DINI, Jack W. **Electrodeposition – The materials science of coatings and substrates**. Noyes Publications. New Jersey, 1993.

ELIAZ, N. et al. **Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength steels**. Engineering Failure Analysis. p. 167-184, 2002.

FAZANO, Carlos Alberto T.V. **A prática metalográfica**. Editora Hemus. São Paulo, 1980.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime A.; SANTOS, Carlos A. **Ensaio dos materiais**. LTC. Rio de Janeiro, 2000.

HASSAN, M. et al. **Hydrogen embrittlement of 4340 steel due to condensation during vaporized hydrogen peroxide treatment**. Materials Science & Engineering. p. 3639-3645, 2011.

HERTZBERG, Richard W. **Deformation and fracture mechanics of engineering materials**. John Wiley & Sons, Inc. 4th ed. Hoboken, 1996.

JANSEN, Rolf; TOMACHUK, Célia R. **Fragilização por hidrogênio – Parte 1**. Revista do Parafuso. p. 18-24, 2008.

JANSEN, Rolf; TOMACHUK, Célia R. **Fragilização por hidrogênio – Parte final**. Revista do Parafuso. p. 16-24, 2008.

KIESELBACH, Rolf; WOODTLI, Jarmila. **Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking**. Engineering Failure Analysis. p. 427-450, 2000.

LEE, J. S. et al. **Effects of hydrogen on the mechanical properties of oxide dispersion strengthening steels**. Journal of Nuclear Materials. p. 1122-1126, 2004.

LIU, X. Y. et al. **Hydrogen-induced cracking in a very-high-purity high-strength steel**. Materials Science & Engineering. p. 218-220, 2008.

MARCELO, A. L. et al. **Fragilização da martensita revenida em parafusos: análise de dois casos**. 8º Congresso Iberoamericano de Engenharia Mecânica. Cusco, 2007.

NANNINGA, N. et al. **Role of microstructure, composition and hardness in resisting hydrogen embrittlement of fastener grade steels**. Corrosion Science. p. 1237-1246, 2009.

RAMAMURTHY, S.; LAU, W. M. L.; ATRENS, A. **Influence of the applied stress rate on the stress corrosion cracking of 4340 and 3.5NiCrMoV steels under conditions of cathodic hydrogen charging**. Corrosion Science. p. 2419-2429, 2011.

REED-HILL, Robert E. **Princípios de metalurgia física**. Editora Guanabara Dois. 2ª ed. Rio de Janeiro, 1982.

SAE AEROSPACE. **AMS 6414K**. SAE International Group. 2007.

SAE AEROSPACE. **AMS 6415S**. SAE International Group. 2007.

SANDOR, Leonardo T. **Uma metodologia para avaliação dos gradientes de tenacidade à fratura ao longo da camada cementada do aço SAE 5115**. Dissertação de Mestrado. UNICAMP. Campinas, 2005.

SANTOS, Rezende G. **Transformações de fases em materiais metálicos**. Editora da Unicamp. Campinas, 2006.

SHIGLEY, Joseph E.; MISCHKE, Charles R.; BUDYNAS, Richard G. **Projeto de engenharia mecânica**. Bookman. 7ª ed. Porto Alegre, 2005.

SILVA, André L. da Costa; MEI, Paulo Roberto. **Aços e ligas especiais**. Eletrometal S.A. Metais Especiais. 2ª ed. Sumaré, 1988.

TAHA, A.; SOFRONIS, P. **A micromechanics approach to the study of hydrogen transport and embrittlement**. Engineering Fracture Mechanics. p. 803-837, 1999.

TROIANO, A. R. **The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals**. ASM Transactions. p. 54-80, 1960.

UEHARA, André Y. **Fragilização por hidrogênio em parafusos cementados**. Dissertação de Mestrado. UNICAMP. Campinas, 2011.

WANG, Rong. **Effects of hydrogen on the fracture toughness of a X70 pipeline steel**. Corrosion Science. p. 2803-2810, 2009.

WOLYNEC, Stephan. **Técnicas eletroquímicas em corrosão**. Editora da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2003.

ZINKEVICH, M. et al. **Thermodynamics of Fe–Sm, Fe–H, and H–Sm systems and its application to the hydrogen–disproportionation–desorption–recombination (HDDR) process for the system $\text{Fe}_{17}\text{Sm}_2\text{–H}_2$** . Journal of Alloys and Compounds. p. 118-139, 2002.

ANEXO I: Certificado de qualidade da Villares Metals para o aço AISI 4340 convencional

VILLARES METALS

Pág. 1

USINA DE SUMARÉ / ESCRITÓRIO CENTRAL
R. Alfredo Dumont Villares, 155
13177-900 - Sumaré - SP - BRASIL
Fone: 55 19 3864-8000 - Fax: 55 19 3864-8164
e-mail: metals@villares.com.br

CERTIFICADO DE QUALIDADE

CERT. N°. 443356

CONFORME EN 10204 3.1

CLIENTE **VMSA - CD**

NOTA FISCAL N°.

PEDIDO DO CLIENTE / SEQUÊNCIA N°.

REFERÊNCIAS DA VILLARES METALS			
OS N°.	1193721	LOTE N°.	1193721
VOLUME N°.	1193721/01		
LIGA VILLARES	LIGA CLIENTE / SIMILAR		
VM40QA	AISI 4340		
NORMAS ATENDIDAS			
AMS 6415 / S (Feb.07), AMS-S-5000 / MAR/1999			
PROCESSO DE FUSÃO	LINHA DE PRODUTO	TRATAMENTO TÉRMICO	ACABAMENTO
Forno Elétrico a Arco	Laminado	Recozido	Descascado Polido
PESO	QUANTIDADE	PRODUTO	DIMENSÕES / N°. DO DESENHO (mm)
1122,0 kg	12	Barra Redonda	50,80 Tol (-)0,190 (+)0,000
CORRIDA N°.		4827820	
COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% em peso)			
C 0,39	Si 0,29	Mn 0,76	P 0,006
S 0,001	Cr 0,75	Mo 0,23	Ni 1,65
Cu 0,02	Ti < 0,005	Nb < 0,01	Al 0,026
Sn < 0,005	H < 0,00015	N 0,0037	V < 0,01
DUREZA			
215 HB			
INSP. VISUAL E DIMENSIONAL			
SITUAÇÃO: Aprovado			
ULTRA SOM			
SITUAÇÃO: Aprovado			
- ACCORDING TO MIL-I-8950 (CL.A)			
TESTE ANTI-MISTURA			
SITUAÇÃO: Aprovado			
TAMANHO DE GRÃO			
SITUAÇÃO: Aprovado			
TAMANHO DE GRÃO ENCONTRADO: 8 ASTM			
DESCARBONETAÇÃO			
CAMADA MÁX: 0,000 UNIDADE: MM			
MACROGRAFIA			
SITUAÇÃO: Aprovado			
SEVERIDADE: S1;R1;C1			
JOMINY			
DISTÂNCIA 1 (mm): 19,00 DUREZA 1A (HRC): 56,0 DUREZA 1B (HRC): 55,5 DISTÂNCIA 2 (mm): 32,00 DUREZA 2A (HRC): 53,0 DUREZA 2B (HRC): 53,0 DISTÂNCIA 3 (mm): 51,00 DUREZA 3A (HRC): 48,5 DUREZA 3B (HRC): 48,5			
PARTÍCULA MAGNÉTICA			
SITUAÇÃO: Aprovado FREQUÊNCIA: 0.00 SEVERIDADE: 0.00			
NOSSO SISTEMA DA QUALIDADE É CERTIFICADO CONFORME A ISO 9001:2000			27/05/2009
			ALCEU F. COSTA NETO SUPERVISOR DA ENG° DE PRODUTO

ANEXO II: Certificado de qualidade da Villares Metals para o aço AISI 4340 VAR



USINA DE SUMARÉ / ESCRITÓRIO CENTRAL
R. Alfredo Dumont Villares, 155
13177-900 - Sumaré - SP - BRAZIL
Phone: 55 19 3303-8000 - Fax: 55 19 3303-8696
e-mail: metals@villaresmetals.com.br

CERTIFICADO DE QUALIDADE

CERT. Nr. 000000480862

CONFORME EN 10204 3.1

CLIENTE **ELEB EQUIPAMENTOS LTDA**

NOTA FISCAL Nº: 000003134

PEDIDO DO CLIENTE / SEQUÊNCIA Nr. / ITEM 4300011554-EC.2094083-ITS 430/440- / 14.08.2008

REFERÊNCIAS DA VILLARES METALS									
OS Nr. 1381533			LOTE Nr. 1381533			VOLUME Nr. 1381533/01			
LIGA VILLARES VM40I/MQA					LIGA CLIENTE / SIMILAR 4340				
NORMAS ATENDIDAS AMS 6414 / K (FEB/0									
PROCESSO DE FUSÃO FEA + VAR		LINHA DE PRODUTO Laminados		TRATAMENTO TÉRMICO Recozido			ACABAMENTO Descascado Polido		
PESO 939 KG	QUANTIDADE 17	PRODUTO Barra Redonda		DIMENSÕES / Nº DO DESENHO (mm) 54,00 Tol (-)0,190 (+)0,000			COMPRIMENTO (mm) 3.050 / 3.660		
COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% em peso)									
CORRIDA N. 5701812									
Análise química na liga									
C 0,42	Si 0,31	Mn 0,78	P <0,005	S <0,0010	Cr 0,87	Mo 0,27	Ni 1,81	V 0,06	Cu 0,02
Ti 0,0030	Nb <0,01	Al 0,013	B 0,0005	Sn <0,0050	As <0,005	Sb 0,0010	H 0,00000	N 0,0021	
Análise química - Pê do Lingote									
C 0,40	Si 0,30	Mn 0,74	P 0,005	S 0,0010	Cr 0,87	Mo 0,27	Ni 1,79	V 0,06	Cu ,02
Ti 0,003	Nb 0,005	Al 0,013	B 0,0005	Sn 0,005	As 0,005	Sb 0,001	H 0,00000	N 0,00000	
Inspeção visual e dimensional									
Situação: Aprovado									
Teste anti-mistura									
Situação: Aprovado									
Dureza Conforme Norma ASTM A370									
Resultado: 218 HB									
Ultra-som									
Situação: Aprovado									
ACCORDING TO MIL-I-8950(CLA)									
Microinclusão Conforme Norma ASTM E45									
A Fina: 0 B Fina: 0 C Fina: 0 D Fina: 1 A Grossa: 0 B Grossa: 0,5 C Grossa: 0 D Grossa: 0									
Tamanho de grão Conforme Norma ASTM E112									
Situação: Aprovado : TAMANHO DE GRÃO ENCONTRADO: 8 ASTM									
Descarbonetação									
Camada máxima: 0 mm									
Macrografia Conforme Norma ASTM A604									
Situação: Aprovado Severidade: 1A/2A/3A/4A									
NOSSO SISTEMA DE QUALIDADE É CERTIFICADO DE ACORDO COM ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) E ISO 14001.							30.11.2008 Alceu F. Costa Neto SUPERVISOR DA ENGª DE PRODUTO		

ANEXO II: Continuação



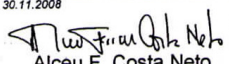
USINA DE SUMARÉ / ESCRITÓRIO CENTRAL
R. Alfredo Dumont Villares, 155
13177-900 - Sumaré - SP - BRAZIL
Phone: 55 19 3303-8000 - Fax: 55 19 3303-8696
e-mail: metals@villaresmetals.com.br

CERTIFICADO DE QUALIDADE

Pag 2/ 2

CERT. Nr. 000000480862

CONFORME EN 10204 3.1

<p>Tração na am. tratada - longitudinal Conforme Norma ASTM A370</p> <p>Corpo de prova n°: 15491F-A Posição: LONGITUDINAL Temperatura: 24,60 °C C. ruptura: 11380 Kgf C. esc. 0,2%: 9560 Kgf Dimensão: 8,83 mm Dim. final: 5,62 mm Compr. inicial: 35,30 mm Compr. final: 39,95 mm Lim. resist.: 1823 MPa Lim. esc. 0,2%: 1532 MPa Estrição: 59,5 % Alongamento: 13,2 %</p> <p>CONDIÇÃO DE ENVELHECIMENTO: H1025.</p>
<p>Tração na am. tratada - transversal Conforme Norma ASTM A370</p> <p>CONDIÇÃO DE ENVELHECIMENTO: H1025.</p>
<p>Tração na am. tratada - longitudinal</p> <p>Corpo de prova n°: 15491F-B Posição: LONGITUDINAL Temperatura: 24,60 °C C. ruptura: 11420 Kgf C. esc. 0,2%: 9510 Kgf Dimensão: 8,82 mm Dim. final: 6,56 mm Compr. inicial: 60,30 mm Compr. final: 75,94 mm Lim. resist.: 1834 MPa Lim. esc. 0,2%: 1527 MPa Estrição: 44,7 % Alongamento: 25,9 %</p> <p>CONDIÇÃO DE ENVELHECIMENTO: H1025.</p>
<p>Tração na am. tratada - transversal</p> <p>CONDIÇÃO DE ENVELHECIMENTO: H1025.</p>
<p>Jominy Conforme Norma ASTM A255</p> <p>Distância 1: 19,00 mm Dureza 1A: 55,5 HRC Dureza 1B: 55,0 HRC Distância 2: 32,00 mm Dureza 2A: 53,0 HRC Dureza 2B: 53,0 HRC</p>
<p>Partícula magnética Conforme Norma AMS 2300</p> <p>Situação: Aprovado Frequência: 0 Severidade: 0</p>
<p>OBSERVAÇÕES</p> <p>*TODA DOCUMENTAÇÃO APROPRIADA ESTÁ ARQUIVADA NA VILLARES METALS S.A. - PLANTA DE SUMARÉ.</p>
<p>30.11.2008</p> <p> Alceu F. Costa Neto SUPERVISOR DA ENG* DE PRODUTO</p>

NOSSO SISTEMA DE QUALIDADE É CERTIFICADO DE ACORDO COM ISO 9001, TS 16949, NBR 15100 (AS 9100) E ISO 14001.

ANEXO III: Certificado de composição química do aço AISI 4340 convencional realizado pela Labteste



RELATÓRIO DE ENSAIO Nº: **384.02343-10A**

Pg.:1/1

VIA ORIGINAL

CLIENTE : **FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA - UNICAMP.**
ENDEREÇO : **Rua Medeiros, 200 – Cidade Universitária – CEP: 13083-970 – Campinas – SP.**

Informações Fornecidas Pelo Cliente Sobre a(s) Amostra(s) Analisada(s):

IDENTIFICAÇÃO AMOSTRA : **Sem tratamento**
MATERIAL INFORMADO : **Aço 4340**
DOCUMENTO : **16/06/2010 - Ícaro**

OBJETIVO: Determinar a COMPOSIÇÃO QUÍMICA do material da amostra.

RESULTADOS OBTIDOS

1 Composição Química via espectrometria óptica:

Elementos	Análises			Concentração média obtida (%)
	1ª	2ª	3ª	
C (Carbono)	0,380	0,384	0,377	0,38
Si (Silício)	0,274	0,274	0,273	0,27
Mn (Manganês)	0,73	0,73	0,73	0,73
P (Fósforo)	0,006	0,007	0,006	0,006
S (Enxofre)	0,003	0,003	0,003	0,003
Cr (Cromo)	0,74	0,74	0,74	0,74
Mo (Molibdênio)	0,231	0,233	0,232	0,23
Ni (Níquel)	1,60	1,59	1,60	1,60
Al (Alumínio)	0,031	0,030	0,030	0,030
Co (Cobalto)	0,008	0,008	0,007	0,008
Cu (Cobre)	0,024	0,024	0,024	0,024
Nb (Níbio)	0,010	0,010	0,010	0,010
Ti (Titânio)	0,003	0,003	0,003	0,003
V (Vanádio)	0,007	0,008	0,007	0,007
W (Tungstênio)	0,021	0,019	0,019	0,019
Pb (Chumbo)	0,007	0,007	0,007	0,007
Sn (Estanho)	0,003	0,003	0,003	0,003
B (Boro)	ND	ND	ND	ND
Mg (Magnésio)	NA	NA	NA	NA
Fe (Ferro)	95,9	95,9	95,9	Rest.

ND – Não Detectado NA – Não Analisado Rest. - Restante

Realização do ensaio: conforme a norma ASTM A751-08 e procedimento interno LT-PT 001 A.

Instrumentos Utilizados: LT 007 – Espectrômetro de emissão óptica ESPECTROMAXx – Certificado de Calibração Nº 02032009 – Validade 06/2010

Condições Ambientais: Temperatura: 24 °C – Umidade: 54 %

O material apresenta a composição química típica de um aço baixa liga **SAE 4340**, conforme a norma **SAE J404 – JUN/00**.

Observação: O teor de cromo especificado é de (1,65 – 2,00)±0,05%.

Data recebimento da amostra: 16 / 06 / 2010

Data realização do ensaio: 17 / 06 / 2010

Responsável pela elaboração: **Engº Fernando Botini / Coordenador Técnico**

Data de Emissão, 18 de Junho de 2010.

Prof. Dr. Rodolfo Libardi

Gerente Administrativo Comercial

Gerente Técnico e da Qualidade (substituto)

Físico – UNESP – Rio Claro

Mestre Eng. Metalúrgica – USP – São Carlos

Doutor Eng. Mecânica (Mat. e Processos) – UNICAMP

Engº Msc. José Edenil G. Santos

Gerente Técnico e da Qualidade

Eng. Industrial Mecânico – UNIMEP

Mestre Eng. Mecânica (Mat. e Processos) – UNICAMP

CREA: 5062607264

Signatário Autorizado

- Este relatório é válido exclusivamente para a amostra analisada nas condições do recebimento, não sendo estendido a quaisquer outras amostras, mesmo que similares.
- A reprodução deste documento somente poderá ser feita integralmente, sem quaisquer alterações.

LABTESTE Análises e Ensaios de Materiais Metálicos Ltda.

Rua Tupis, 1393 - Distrito Ind. II - CEP: 13457-050 – Sta. Bárbara D'Oeste - SP - FONE/FAX: (19) 3463-5436 - E-MAIL: labteste@labteste.com.br - www.labteste.com.br

ANEXO IV: Certificado de composição química do aço AISI 4340 VAR realizado pela Labteste



RELATÓRIO DE ENSAIO Nº: **384.02342-10A**

Pg.:1/1

VIA ORIGINAL

CLIENTE : **FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA - UNICAMP.**
ENDEREÇO : **Rua Medeiros, 200 – Cidade Universitária – CEP: 13083-970 – Campinas – SP.**

Informações Fornecidas Pelo Cliente Sobre a(s) Amostra(s) Analisada(s):

IDENTIFICAÇÃO AMOSTRA : **Com tratamento**
MATERIAL INFORMADO : **Aço 4340**
DOCUMENTO : **16/06/2010 - Ícaro**

OBJETIVO: Determinar a COMPOSIÇÃO QUÍMICA do material da amostra.

RESULTADOS OBTIDOS

1 Composição Química via espectrometria óptica:

Elementos	Análises			Concentração média obtida (%)
	1ª	2ª	3ª	
C (Carbono)	0,411	0,411	0,402	0,41
Si (Silício)	0,300	0,297	0,297	0,30
Mn (Manganês)	0,75	0,75	0,75	0,75
P (Fósforo)	0,005	0,005	0,005	0,005
S (Enxofre)	0,003	0,004	0,004	0,004
Cr (Cromo)	0,90	0,91	0,90	0,90
Mo (Molibdênio)	0,296	0,297	0,295	0,30
Ni (Níquel)	1,82	1,82	1,81	1,82
Al (Alumínio)	0,016	0,015	0,015	0,015
Co (Cobalto)	0,006	0,004	0,005	0,005
Cu (Cobre)	0,018	0,017	0,017	0,017
Nb (Nióbio)	0,009	0,009	0,009	0,009
Ti (Titânio)	0,003	0,003	0,003	0,003
V (Vanádio)	0,070	0,070	0,070	0,070
W (Tungstênio)	0,022	0,019	0,020	0,020
Pb (Chumbo)	0,007	0,007	0,007	0,007
Sn (Estanho)	0,002	0,002	0,002	0,002
B (Boro)	ND	ND	ND	ND
Mg (Magnésio)	NA	NA	NA	NA
Fe (Ferro)	95,4	95,4	95,4	95,4

ND – Não Detectado NA – Não Analisado Rest. - Restante

Realização do ensaio: conforme a norma ASTM A751-08 e procedimento interno LT-PT 001 A.

Instrumentos Utilizados: LT 007 – Espectrômetro de emissão óptica ESPECTROMAXx – Certificado de Calibração Nº 02032009 – Validade 06/2010

Condições Ambientais: Temperatura: 24 °C – Umidade: 54 %

O material apresenta a composição química típica de um aço baixa liga **SAE 4340**, conforme a norma **SAE J404 – JUN/00**.

Data recebimento da amostra: 16 / 06 / 2010 **Data realização do ensaio:** 17 / 06 / 2010

Responsável pela elaboração: **Engº Fernando Botini / Coordenador Técnico**

Data de Emissão, 18 de Junho de 2010.

Prof. Dr. Rodolfo Libardi
Gerente Administrativo Comercial
Gerente Técnico e da Qualidade (substituto)
Físico – UNESP – Rio Claro
Mestre Eng. Metalúrgica – USP – São Carlos
Doutor Eng. Mecânica (Mat. e Processos) – UNICAMP

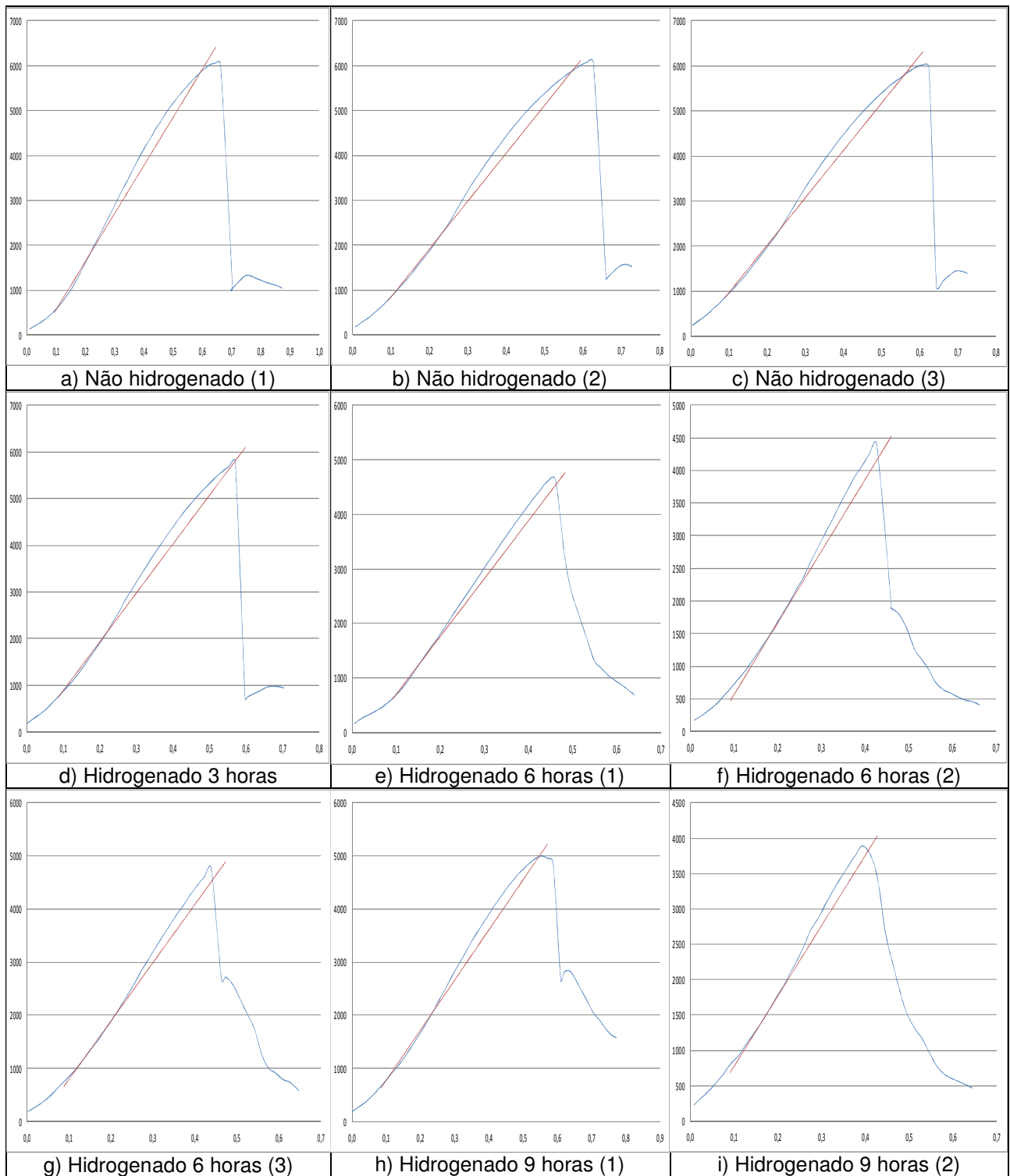
Engº Msc. José Edenil G. Santos
Gerente Técnico e da Qualidade
Eng. Industrial Mecânico – UNIMEP
Mestre Eng. Mecânica (Mat. e Processos) – UNICAMP
CREA: 5062607264
Signatário Autorizado

- Este relatório é válido exclusivamente para a amostra analisada nas condições do recebimento, não sendo estendido a quaisquer outras amostras, mesmo que similares.
- A reprodução deste documento somente poderá ser feita integralmente, sem quaisquer alterações.

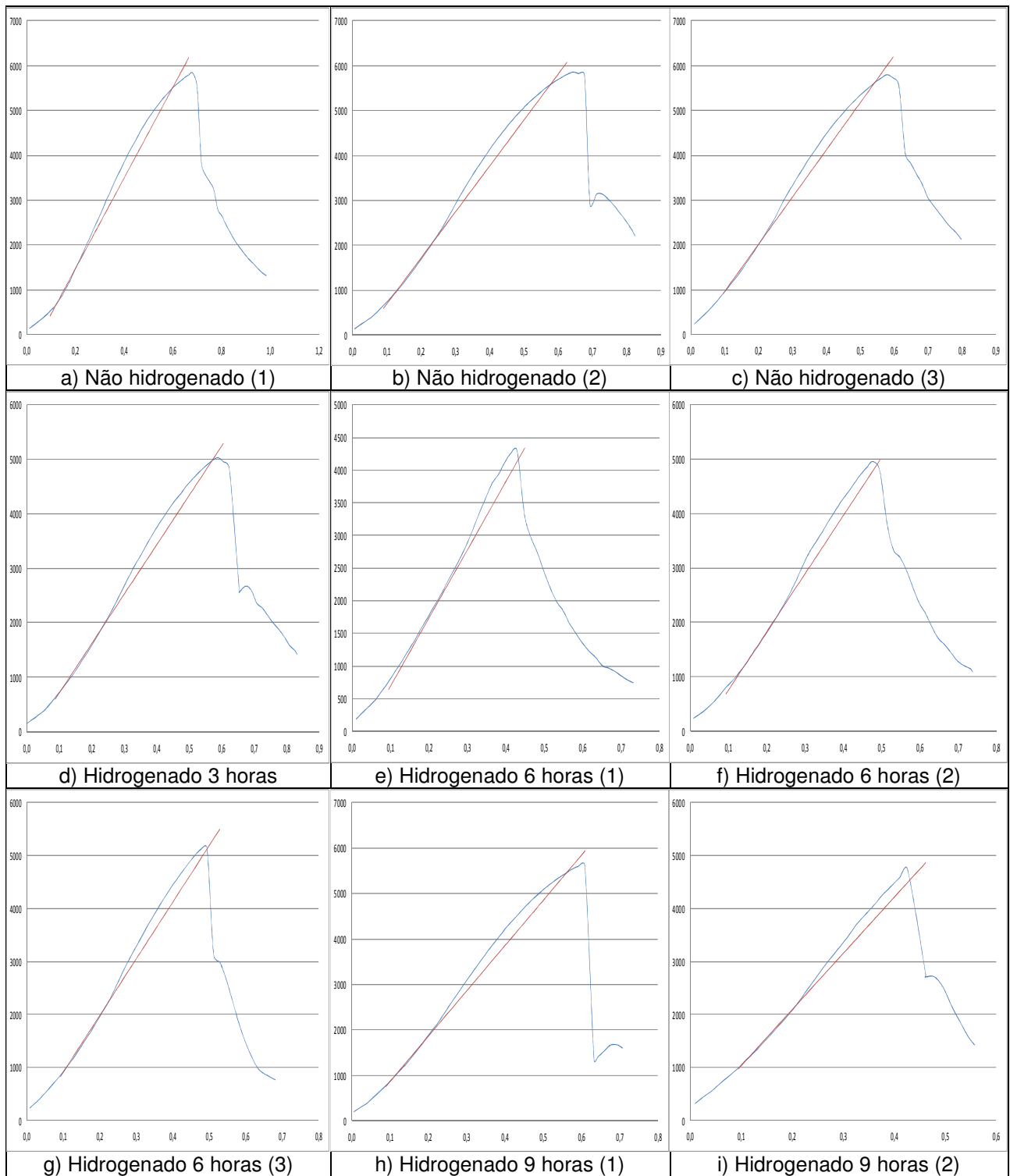
LABTESTE Análises e Ensaios de Materiais Metálicos Ltda.

Rua Tupis, 1393 - Distrito Ind. II - CEP: 13457-050 – Sta. Bárbara D'Oeste - SP - FONE/FAX: (19) 3463-5436 - E-MAIL: labteste@labteste.com.br - www.labteste.com.br

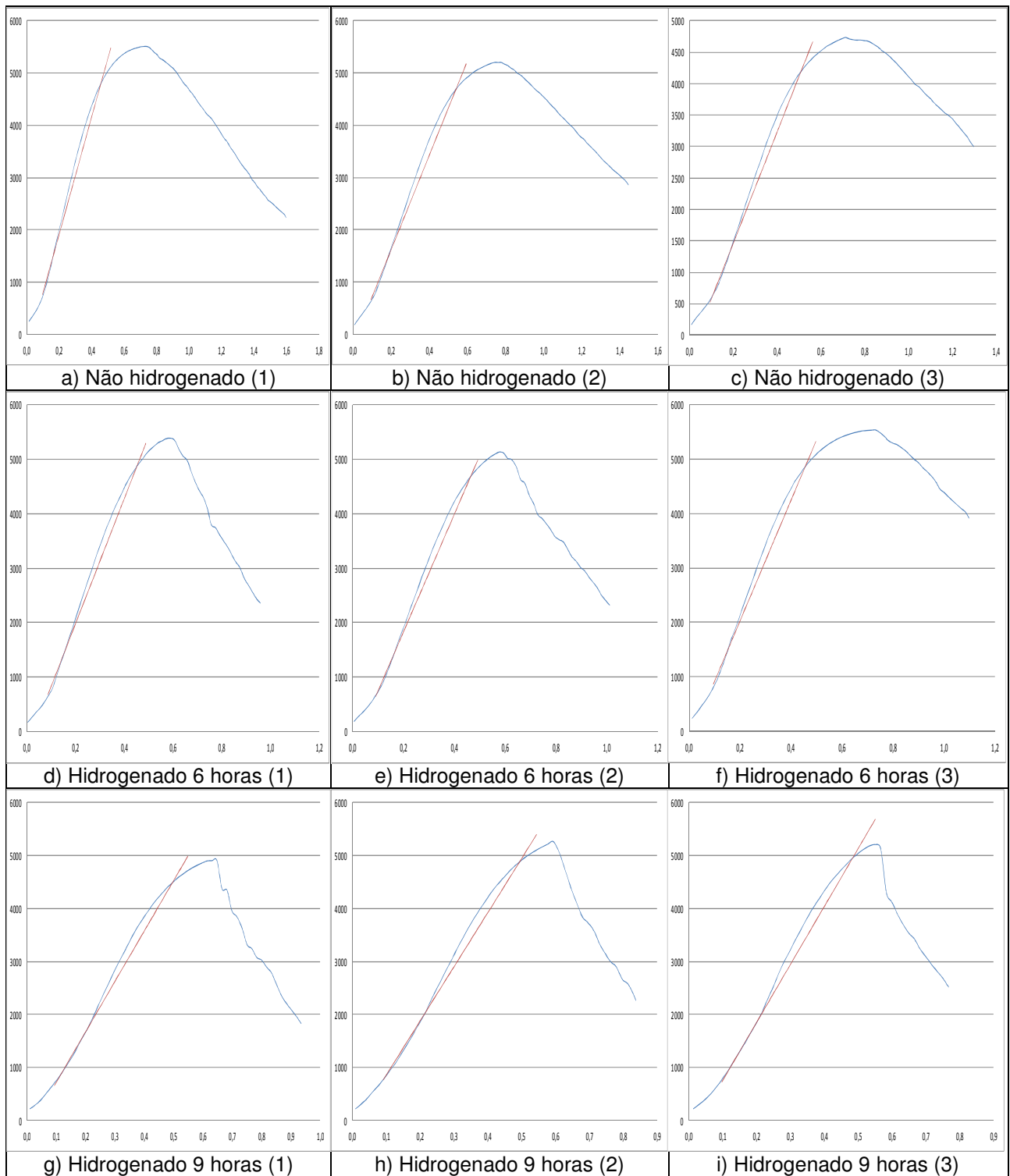
APÊNDICE A: Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional revenido a 350 °C
Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm)



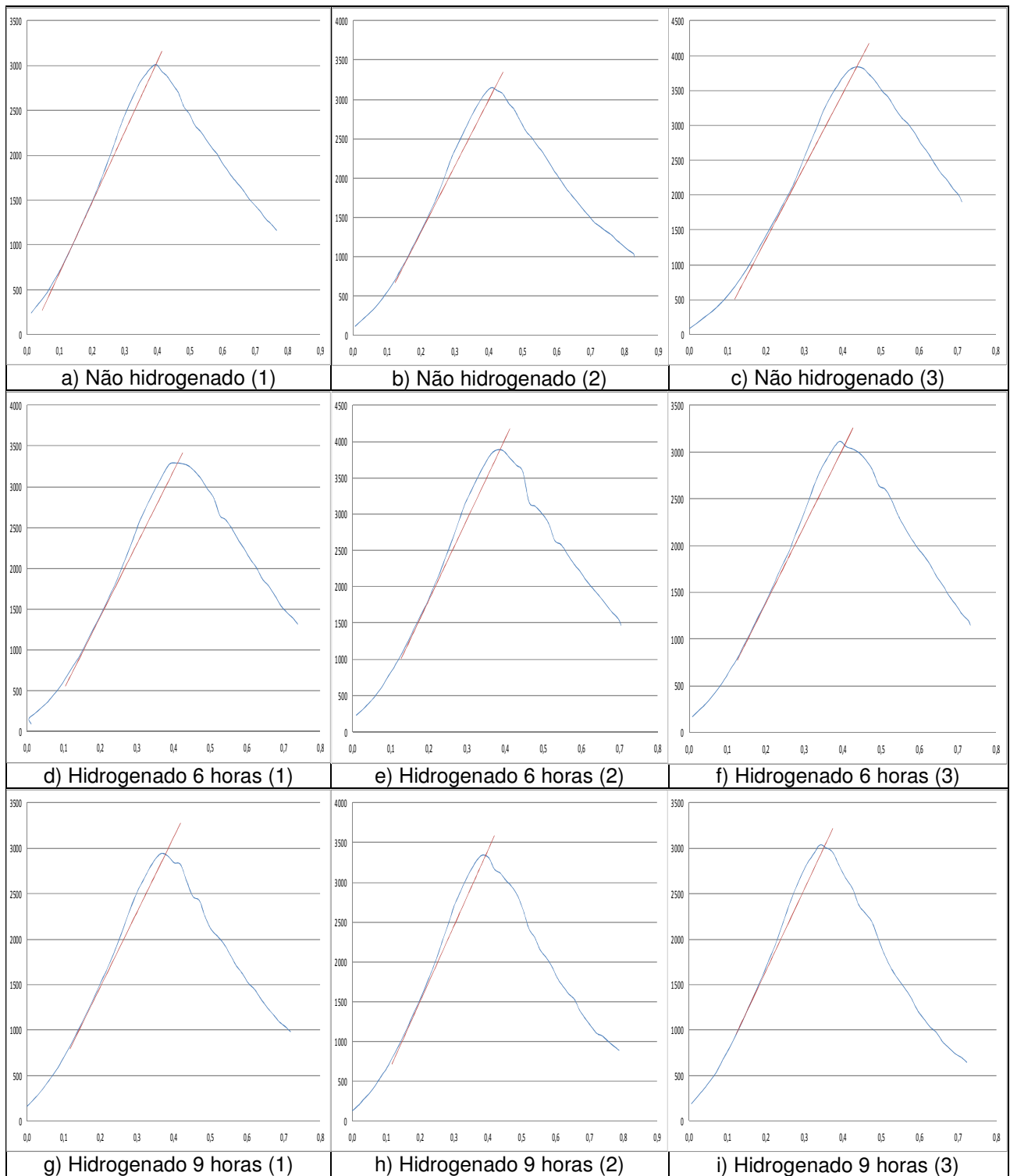
APÊNDICE B: Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional revenido a 400 °C
Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm)



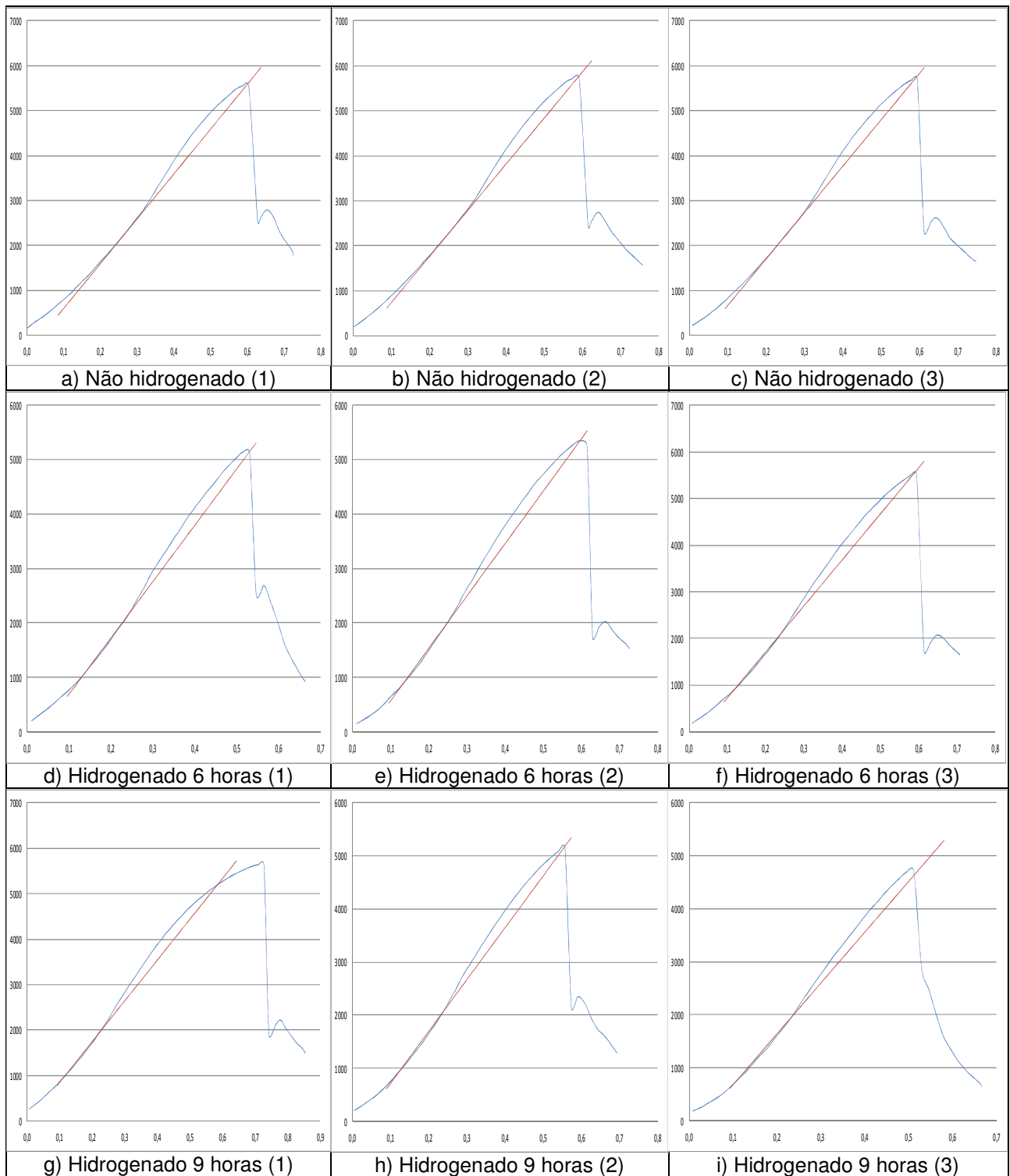
APÊNDICE C: Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura aparente do aço AISI 4340 convencional revenido a 500 °C
Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm)



**APÊNDICE D: Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura
aparente do aço AISI 4340 VAR revenido a 350 °C
Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm)**



**APÊNDICE E: Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura
aparente do aço AISI 4340 VAR revenido a 400 °C
Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm)**



**APÊNDICE F: Curvas obtidas no ensaio de tenacidade à fratura
aparente do aço AISI 4340 VAR revenido a 500 °C
Carga (N) X Deslocamento do ponto de aplicação da carga (mm)**

